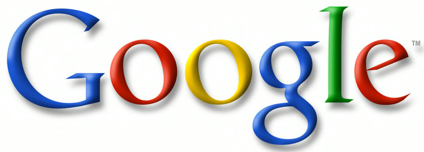
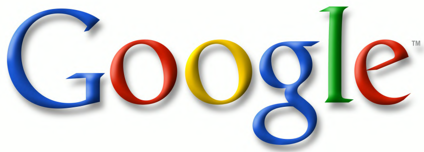

Google



ANLEITUNG

zur chemischen

ANALYSE DES WEINES

von

DR. EUGEN BORGMANN.

MIT VORWORT

von

DR. C. REMIGIUS FRESENIUS.

Mit zwei Tafeln in Farbendruck und dreiundzwanzig Holzschnitten im Texte.

WIESBADEN.
C. W. KREIDEL'S VERLAG.
1884.

Vorwort.

Herr Dr. Eugen Borgmann, Docent an meinem Laboratorium, welcher schon mit meinem verstorbenen Freunde Neubauer viele Arbeiten auf dem Gebiete der Weinchemie ausgeführt, auch mannigfache selbständige önochemische Untersuchungen geliefert hat und seit Jahren mein Mitarbeiter in der Abtheilung meines Laboratoriums ist, welcher die Prüfung der Lebensmittel, insbesondere der Weine obliegt, hat die bei der Weinanalyse vorkommenden Operationen und Methoden, namentlich auch diejenigen, welche im hiesigen Laboratorium ausgebildet worden sind oder sich darin dauernd bewährt haben, in einer allgemein verständlichen Weise zusammengestellt und erläutert. Es ist hierdurch allen Denen, welche sich mit Weinanalysen beschäftigen und insbesondere auch den Studirenden, welche die Weinanalyse erlernen wollen, ein zweckentsprechender und zuverlässiger Leitfaden geboten, der von denselben meines Erachtens mit Freuden begrüsst werden wird.

In der zweiten Abtheilung des Werkchens: »Beurtheilung der Weine auf Grund der chemischen Analyse« ist mit aller Vorsicht dargelegt, welche Schlüsse man aus den analytischen Resultaten ziehen kann. Sie bietet somit eine namentlich den Anfängern in der Weinanalyse unentbehrliche Anleitung, bei der Beurtheilung der Weine die Ergebnisse der Untersuchung richtig zu verwerthen.

Der Umstand, dass der Verfasser noch in der Lage war, die im Kaiserlichen Gesundheitsamte zusammengestellten Beschlüsse der Commission zur Berathung einheitlicher Methoden für die Analyse des Weines benutzen zu können, muss als ein besonders günstiger bezeichnet werden; es wird dadurch die Gewähr geboten, dass das Werkchen in allen Beziehungen den Anschauungen und Bedürfnissen der Gegenwart entspricht.

Wiesbaden, 12. Juli 1884.

Dr. R. Fresenius.

Inhalt.

Nachtrag zur I. Abtheilung.

Zweite Abtheilung.

Nachtrag zur II. Abtheilung.

Anhang.

Einleitung.

Der Wein, aus den edelsten Früchten der Natur bereitet, erfreut sich schon seit den ältesten Zeiten der besonderen Pflege der Menschen und muss es deshalb nicht Wunder nehmen, dass auch ganz besonders von wissenschaftlicher Seite dem Weine immer mehr Berücksichtigung zu Theil wird.

Wenn auch bei der Weinbereitung nur sehr langsam die neueren wissenschaftlichen Errungenschaften practische Verwerthung finden, so hat doch die chemische Untersuchung des Weines gerade in den letzten Jahren grosse Fortschritte aufzuweisen.

Ganz besonders war, seit Einführung des Gesetzes betreffend den Verkehr mit Nahrungsmitteln, Genussmitteln und Gebrauchsgegenständen vom 14. Mai 1879, das Bestreben vieler Chemiker darauf gerichtet, die bekannten Untersuchungsmethoden mehr auszubilden und neue hinzuzufügen. Auch durch verbesserte Apparate und Hinzuziehung von solchen aus andern Disciplinen der Wissenschaft hat die Weinuntersuchung an Genauigkeit bedeutend gewonnen.

Dieselbe wird wohl nach und nach nicht allein als Hülfsmittel zum Nachweis etwaiger Verfälschungen, sondern auch als ein solches zur Werthbestimmung der Weine Annahme finden.

In dem Folgenden sind in der ersten Abtheilung die Untersuchungsmethoden eingehender besprochen und diejenigen, welche als die zuverlässigsten erkannt und dem zu Folge am sicher-

sten zu einem gewünschten Resultate führen, bei jeder Prüfungs- oder Bestimmungsmethode vorausgestellt.

Die zweite Abtheilung enthält die Schlussfolgerungen, welche sich aus den durch die Analyse gefundenen Resultaten ziehen lassen, während in einem Anhange Analysen von reinen Naturweinen zum Vergleiche mitgetheilt sind.

Je nach den Fragen, welche dem Chemiker, der sich mit Weinuntersuchungen beschäftigt, gestellt werden, hat derselbe die Untersuchung mehr oder weniger umfangreich vorzunehmen.

Zuweilen genügt schon die Bestimmung eines bestimmten Bestandtheiles oder nur die Prüfung auf die Gegenwart oder Abwesenheit irgend eines Zusatzes.

In den meisten Fällen aber muss die Untersuchung doch so ausführlich vorgenommen werden, dass man einen Einblick in die quantitative Zusammensetzung eines Weines erhält.

Man unterscheidet aber auch hier wieder zwischen der sog. kleinen Analyse oder »Handelsanalyse« und der vollständigen Gesammtanalyse.

Handelt es sich um Abgabe eines Urtheils darüber, ob ein Wein in seinen wesentlichen Bestandtheilen mit denjenigen reiner Naturweine übereinstimmt, so kann hierüber in den meisten Fällen schon die kleine Analyse Aufschluss geben.

Wird dagegen von Seiten des Gerichts ein Gutachten über einen Wein verlangt, so muss die Analyse möglichst vollständig ausgeführt werden.

Die kleine Analyse umfasst bei Weissweinen ausser der Prüfung auf Aussehen, Geruch u. s. w. die Bestimmungen des specifischen Gewichtes, des Alkohols, des Extracts, der freien Säure, der Mineralstoffe, des Glycerins, die Prüfung auf einen etwaigen Kartoffelzuckerzusatz, sowie die qualitativen Prüfungen auf Chlor, Kalk, Magnesia, Gummi, Zucker.

Bei Rothweinen muss sich dieselbe ausser auf die genannten Bestandtheile auch noch auf die Bestimmung der Schwefelsäure, sowie auf den Nachweis etwa vorhandener fremder Farbstoffe erstrecken.

Durch die Gesammtanalyse muss die genaue Zusammensetzung des Weines in seinen eigentlichen, sowie abnormen Bestandtheilen festgestellt werden, um an der Hand der Analyse Schlussfolgerungen über die Art der Herstellung und die Eigenschaften des Weines ziehen zu können.

Es soll noch bemerkt werden, dass die Untersuchungsmethoden so genau und ausführlich, wie immer möglich, beschrieben sind, so dass auch Derjenige, welcher sich nicht speciell mit analytischen Arbeiten auf dem Gebiete der Oenochemie beschäftigt, doch vorkommenden Falls in dem Nachfolgenden eine practische Anleitung hierzu findet.

I. Abtheilung.

§ 1.

Vorprüfung.

Man prüft den Wein in Betreff seines Ansehens, seines Geschmackes und seines Geruches.[1])

A. Farbe.

a. Weissweine. Die Farbe ist gelb, dunkelgelb oder gelbbraun.

b. Rothweine. Die Weine sind violettroth bis braunroth gefärbt.

c. Schillerweine sind hellröthliche Weine. Lässt man blaue und weisse Weintrauben zusammengähren oder zieht man den noch gährenden Most bald von den blauen Schalen ab, so erhält man diese Art Weine.

Nach einem Vorschlage von C. Studer jun. kann man die Farbennuancen, speciell bei Rothweinen, durch Angabe der entsprechenden Färbungen in Radde's internationaler Farbentafel (Verlag von Otto Radde, Hamburg) bezeichnen.

Die Bestimmung des Farbstoffgehaltes bei Rothweinen geschieht nach § 31. Die Prüfung auf fremde Farbstoffe nach § 32.

---

[1]) Bei allen Untersuchungen, ganz besonders bei gerichtlichen, ist genau auf die Art der Verpackung, die Art der Flaschen, die Bezeichnung, sowie auf die etwa vorhandenen Siegel Rücksicht zu nehmen. — Auch einen Theil des Weines zu etwaigen Controlbestimmungen in eine kleine Flasche abzufüllen und an einem kühlen Orte aufzubewahren, ist sehr zu empfehlen.

B. Klarheit.

1. Der Wein ist klar. Derselbe kann so zur Analyse nach § 2 verwandt werden. Man bringt ungefähr 20 ccm Wein in einen 100 ccm fassenden Kolben, schüttelt den Wein öfters mit Luft, lässt 12—24 Stunden unbedeckt stehen und beobachtet, ob die Farbe des Weines sich ändert.

Manche Weissweine besitzen die Eigenschaft, sich an der Luft braun zu färben. Die Ursache des Braunwerdens hat seinen Grund darin, dass bei dem Keltern viele trockene und faule Beeren mit gekeltert wurden.

Es wird auch beobachtet, dass sich Weine an der Luft blauschwarz färben und dass sich nach längerer Zeit ein schwarzer Niederschlag absetzt. Das Schwarzwerden rührt von Eisen her. Das Eisen ist als Oxydul in dem Weine vorhanden, dieses wird durch den Sauerstoff der Luft in Oxyd umgewandelt, welches mit dem Gerbstoff des Weines eine schwarze Verbindung bildet.

2. Der Wein ist trübe. Man überlässt denselben einige Zeit der Ruhe, trennt, wenn möglich, die klare Flüssigkeit von dem Bodensatz vermittelst eines Hebers und lässt den Satz sich vollständig in einem Spitzglas absetzen; oder man filtrirt den Wein, wenn sich die Trübung nicht von selbst niederschlägt.

a. Der klare Wein wird zur Analyse nach § 2 verwandt.

b. Den Bodensatz unterwirft man einer mikroskopischen Prüfung.

α) Konnte man denselben in ein Spitzglas bringen, so nimmt man mit einer an einem Ende fein ausgezogenen Glasröhre einen Tropfen des Absatzes auf einen Objectträger.

β) Musste filtrirt werden, so breitet man das Filter auf einer Glasplatte aus, spritzt mit Hülfe einer Spritzflasche den Niederschlag in ein Spitzglas und verfährt dann nach b α.

Der Niederschlag kann gebildet sein:

1) durch die normalen Gährungsfermente[1]) (Hefezellen):
   Saccharomyces cerevisiae (Taf. I, Fig. 1).
   S. ellipsoideus (Taf. I, Fig. 2).
   S. apiculatus (Taf. I, Fig. 3).
   S. Pastorianus (Taf. I, Fig. 4).
   S. conglomeratus (Taf. I, Fig. 5).
   S. Reessii Blankenhorn[2]) (Taf. I, Fig. 6).

   Am häufigsten sind S. ellipsoideus und S. apiculatus vertreten.

2) durch andere Pilze, welche die verschiedenen Krankheiten der Weine bedingen.[3])

   Als solche sind zu nennen:

   Der Pilz der Essiggährung Mycoderma aceti (Taf. II, Fig. 1),
   der Kahnpilz Mycoderma vini (Taf. II, Fig. 2),
   der Pilz, welcher beim Zäh- oder Langwerden der Weine beobachtet wird (Taf. II, Fig. 3),
   der Pilz, welchen man im sog. »umgeschlagenen« Wein findet (Taf. II, Fig. 4),
   der Pilz, welcher das Bitterwerden der Rothweine hervorruft (Taf. II, Fig. 5).

3) durch Weinsteinkrystalle und Krystalle von Calciumtartrat (Taf. II, Fig. 6, *a* Weinsteinkrystalle, *b* Krystalle von Calciumtartrat).

4) durch sonstige Abscheidungen. Im letzteren Falle prüft man den Absatz durch Behandeln desselben mit Salzsäure und Ferrocyankalium auf Eisen.

---

[1]) Siehe Reess: Botanische Untersuchungen über die Alkoholgährungspilze, Leipzig 1870.

[2]) Annalen der Oenologie, 3, 11.

[3]) Pasteur, Etudes sur le vin.

C. Geschmack.

Man prüft durch den Geschmack, ob der Wein noch eine erhebliche Menge von unvergohrenem Zucker enthält (Süsswein) oder nicht; ferner beobachtet man, ob ein, nicht dem Weine als solchem zukommender Geschmack vorhanden ist, wie Schimmelgeschmack u. s. w.

Rothweine besitzen zuweilen einen bitteren Geschmack, der durch die Gegenwart eines besonderen Fermentes bedingt wird. Man prüft in diesem Falle den Wein mikroskopisch auf die Anwesenheit des betreffenden Fermentes (Taf. II, Fig. 5).

D. Geruch.

Durch verschiedene Ursachen, wie Bodenbeschaffenheit, Düngung, Zersetzung von Hefe u. s. w. kann der Wein einen Geruch nach faulen Eiern (Böcksern) besitzen, der durch Auftreten von Schwefelwasserstoff hervorgerufen wird.

E. Freie Kohlensäure.

Man beobachtet, ob sich beim Oeffnen der Flasche Kohlensäure entwickelt. Ist dies der Fall, so schüttelt man dieselbe aus, bevor man den Wein zur Analyse verwendet.

§ 2.

Bestimmung des specifischen Gewichtes.

Die Bestimmung des specifischen Gewichtes geschieht mit dem klaren oder filtrirten Wein.

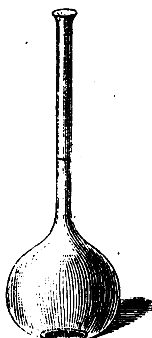
Dieselbe hat hauptsächlich den Zweck, die Identität zweier oder mehrerer Weine festzustellen; auch dient dieselbe zur indirecten Bestimmung des Alkoholgehaltes nach § 3 b.

a. Bestimmung vermittelst eines Pyknometers.

Man bedient sich am Besten eines Pyknometers, das oben offen und nicht mit einer Capillarröhre geschlossen ist (Fig. 1, S. 8). Dasselbe stellt ein Kölbchen von 30 oder 50 ccm In-

halt vor mit 7 cm langem und 5—6 mm weitem Halse. An letzterem ist ziemlich tief eine Marke eingeritzt. Das Kölbchen wird nach gutem Austrocknen erst leer und dann einmal genau bis zur Marke mit destillirtem Wasser gefüllt bei 15° C. gewogen. Um die richtige Temperatur zu erhalten, stellt man das, vermittelst eines kleinen Trichterchens, dessen Röhre fein ausgezogen ist, mit Wasser gefüllte Pyknometer in ein weiteres Glas mit kaltem Wasser, bringt in letzteres ein Thermometer und beobachtet genau die Temperatur. Ist 15° C. erreicht, so lässt man das Pyknometer noch einige Zeit bei dieser Temperatur, nimmt dasselbe alsdann vorsichtig heraus, indem man nur den obersten Rand des Halses angreift, um eine Erwärmung von der Hand aus zu verhüten.

Fig. 1.



Die genaue Einstellung bis zur Marke geschieht so, dass man vermittelst kleiner aus Filtrirpapier gedrehter Stäbchen das überschüssige Wasser absaugt und nachher das Innere des Halses mit denselben trocknet.

Ist dies geschehen, so kann man die äussere Wandung mit einem feinen Tuche abtrocknen und alsdann das Kölbchen wägen. Die Gewichte des leeren und des mit Wasser gefüllten Pyknometers dienen für alle Bestimmungen, welche mit demselben vorgenommen werden und werden deshalb ein für alle Male notirt.

Zur Bestimmung des specifischen Gewichtes eines Weines hat man nur nöthig, das Kölbchen mit kleinen Mengen des betreffenden Weines auszuspülen, dann dasselbe genau bei 15° C. mit dem Weine bis zur Marke zu füllen und zu wägen.

Berechnung. Da man das specifische Gewicht eines Körpers findet, indem man sein absolutes Gewicht durch das Gewicht eines gleichen Volumens Wasser dividirt, so ist im vorliegenden

Falle das Gewicht des Weines durch das Gewicht des Wassers zu dividiren.

Beispiel:

Gewicht des Pyknometers mit dest. Wasser bei 15° C.	=	38,4738
« « « leer		8,4327
Gewicht des Wassers . .		30,0411
Gewicht des Pyknometers mit Wein bei 15° C. . .	=	38,3320
« « « leer		8,4327
Gewicht des Weines . .		29,8993

Folglich ist das specifische Gewicht des Weines:

$$\frac{29{,}8993}{30{,}0411} = 0{,}9952.$$

b. Bestimmung mit der Mohr-Westphal'schen Wage.[1]

Das Instrument beruht auf dem physikalischen Gesetze, dass der Gewichtsverlust, welchen ein Körper in verschiedenen Flüssigkeiten erleidet, den specifischen Gewichten dieser Flüssigkeiten proportional ist.

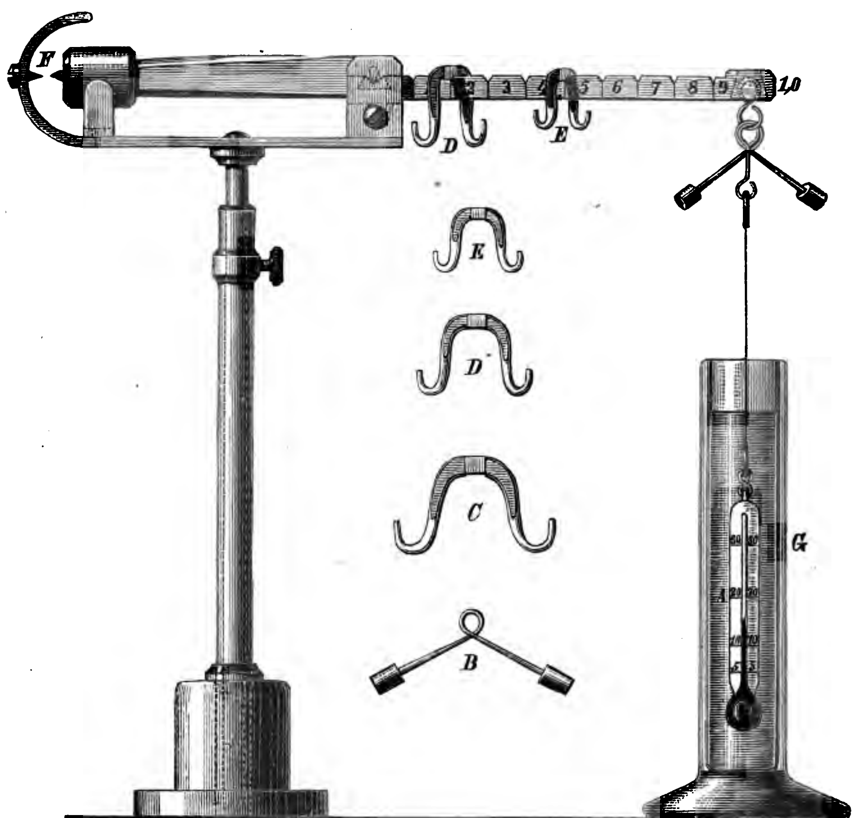
Die Wage (Fig. 2, S. 10) besteht aus einem Stative, dem in das Lager einzulegenden Wagebalken, einem Senkkörper von Glas mit Thermometer und den Gewichten.

Der Stativfuss endigt nach oben in ein mit einer Pressschraube versehenes Leitungsrohr, worin sich der obere Theil mit einer Leitstange auf- und abschieben, sowie feststellen lässt. Der obere Theil trägt an der einen Seite das Achsenlager, an der anderen einen Bügel, in dessen Mitte eine horizontale Spitze, die als Nullpunkt für die Einstellung des Balkens beim Wägen dient, befestigt ist. Ferner befindet sich am Obertheil ein Fangkloben, der den Balken vor Aushebung aus dem Lager schützt.

[1]) Zeitschrift für analyt. Chemie, 9, 234.

Der Balken, ein ungleicharmiger Hebel, ist von Achse zu Achse in 10 Theile getheilt und läuft nach der entgegengesetzten Seite in ein Balancirungsgewicht aus, das mit einer Spitze versehen ist, die als Zunge dient.

Fig. 2.



Oberhalb der Eintheilung sind Einkerbungen angebracht, um die in Reiterform mit einer Schneide versehenen Gewichte *C*, *D*, *E* aufnehmen zu können.

Der Senkkörper *A* ist ein kleines Thermometer mit Scala von mindestens + 5 bis + 25° Celsius.

Am oberen Ende dieses Thermometers ist eine Platinöse eingeschmolzen, in die der Aufhängedraht eingefügt und anderseits mit dem stärkeren Aufhängegliede verbunden wird. Diese Doppelöse und der Draht bilden ein Zwischenstück, das beim Zerbrechen des Drahtes durch ein neues von genau derselben Schwere leicht ersetzt werden kann.

Die Gewichte sind so hergestellt, dass die beiden grössten *B* und *C* gleich sind dem Gewichte des vom Körper *A* verdrängten destillirten Wassers bei + 15° C. als Normaltemperatur. Das Gewicht *B* ist zu einer Oese zusammengebogen und wird nur bei Bestimmung des specifischen Gewichtes von Flüssigkeiten, welche specifisch schwerer als Wasser sind, in den Haken der Balken-Endachse, wie es bei Fig. 2 der Fall ist, gehängt. Man hat alsdann 1,0. Nur sehr extractreiche und alkoholarme Weine zeigen ein specifisches Gewicht, welches grösser als 1 ist. Bei den meisten Bestimmungen hat man daher das Gewicht *B* wegzulassen.

Die anderen Gewichte sind als Reiter gebildet, deren Enden als Haken umgebogen, damit sie sich aneinander hängen lassen, wenn dieselbe Stelle der Decimaltheilung wiederkehrt, z. B. 0,888. Die Schwere des Reiters *D* ist $^1/_{10}$ von *C*, die von *E* $^1/_{100}$ von *C*. *B* oder *C* würde also das durch Eintauchen des Körpers in destillirtes Wasser von + 15° C. gestörte Gleichgewicht wiederherstellen, wie dies in Fig. 2 der Fall wäre, wenn man sich die beiden Reiter *E* und *D* von dem Wagbalken entfernt denkt.

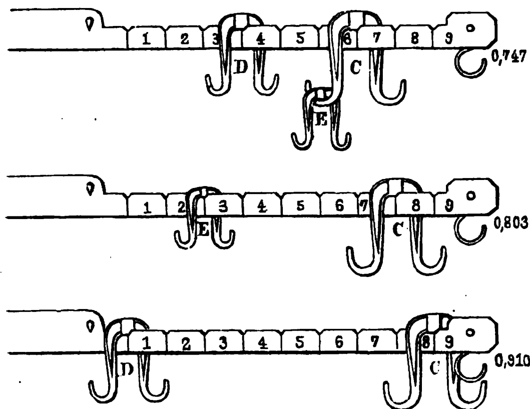
In eine der Kerben gehängt, wird *C* soviel Zehntel seines Gewichtes anzeigen, wie die Ziffer der Kerbe zeigt. *D* soviel Hundertel und *E* soviel Tausendstel.

Will man eine specifische Gewichtsbestimmung mit der Wage ausführen, so stellt man den Stativfuss auf einen möglichst

horizontalen Tisch, legt den Balken in das Lager und hängt das Thermometer in den Haken der Endachse. Ist der Balken im Gleichgewicht, so steht seine Spitze der Spitze des Stativs genau gegenüber, wie dies die Figur veranschaulicht. Ist dies nicht der Fall, so ist der Tisch nicht horizontal und man verbessert den Fehler dadurch, dass man unter die eine oder andere Seite des Fusses ein Blatt Papier schiebt, wodurch die Stativspitze gehoben oder gesenkt wird.

Füllt man nun das Senkgefäss *G* mit destillirtem Wasser von + 15° C. und senkt den Körper ein, so erscheint letzterer leichter und das Gleichgewicht wird aufgehoben. Hängt man dann aber das Gewicht *B* in den Haken des Balkens zum Körper, so wird das Gewicht wieder hergestellt und man hat als Resultat 1,0. Hat man nun eine Flüssigkeit, die viel schwerer als Wasser ist, so benutzt man noch die Gewichte *C*, *D*, *E* und verhängt dieselben in den Kerben, bis die Ausgleichung gelingt.

Fig. 3.



Hat man eine Flüssigkeit, die leichter als Wasser ist (wie die meisten Weine), so entfernt man das Gewicht *B* vom Haken des Balkens und stellt das Gleichgewicht nur durch Aufhängen der Reiter *C*, *D* und *E* in die geeigneten Kerben her. Bleibt ein Reiter unbenutzt, so erhält man in der durch denselben angegebenen Decimalstelle 0. Das specifische Gewicht in Fig. 2

ist demnach 1,025, da der Reiter *C*, welcher die erste Decimalstelle angeben würde, keine Verwendung fand.

Die dritte Decimalstelle lässt sich noch mit grosser Genauigkeit bestimmen, bei wenig adhärirenden Flüssigkeiten auch noch die vierte, wenn man durch Verschieben des Reiters *E* zwischen zwei Einkerbungen die völlig genaue Einstellung bewirkt. In der Fig. 3, S. 12 sind Beispiele angegeben.

Es bleibt noch zu bemerken, dass ein Unterschied in der Einsenkungstiefe des Körpers in die zu prüfende Flüssigkeit einen Einfluss auf das Resultat der Bestimmung auszuüben vermag. Aus diesem Grunde wurde dieselbe so fixirt, dass nicht allein die Drahtdrehung, sondern auch noch ein dieser Drehung gleich langes Stück einfachen Drahtes sich in der Flüssigkeit befindet. Die Wagen werden in verschiedener Grösse von Mechaniker G. Westphal in Celle (Hannover) in sehr guter Ausführung angefertigt.

c. Bestimmung vermittelst genauer Araeometer.[1])

Diese Bestimmungsmethode erfordert keine nähere Besprechung; es ist aber zu berücksichtigen, dass alle Araeometer nur bei einer bestimmten Temperatur, für die sie construirt sind, richtige Resultate liefern und es bei ihrer Anwendung nöthig ist, den Wein zuvor auf diese Temperatur zu bringen.

Bemerkungen zu diesen Methoden. Ich gebe der Methode a. den Vorzug, da sie ganz unabhängig ist von der Genauigkeit der Instrumente.

§ 3.

Bestimmung des Alkohols.

a. Directe Methoden.

α) Bestimmung durch Destillation.

Zur Ausführung der Methode gebraucht man:

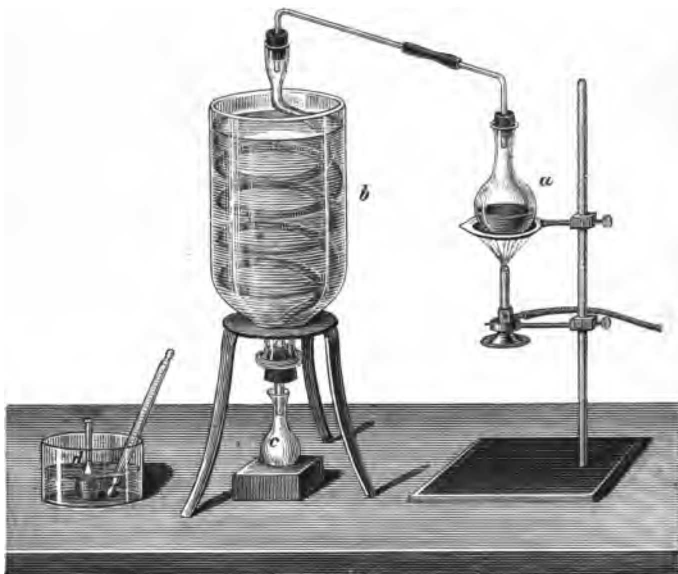
1. ein Destillirkölbchen *a* (Fig. 4, S. 14) von ca. 200 ccm Inhalt,

[1]) Mechaniker H. Kappeller jun. in Wien liefert solche Araeometer in bester Ausführung.

2. einen Kühler, am zweckmässigsten einen sog. Schlangenkühler *b*,
3. ein Glaskölbchen *c* von circa 50 ccm Inhalt, dessen Tara man genau bestimmt hat und welches bei 35 ccm Inhalt eine Marke trägt,
4. ein Pyknometer *d* wie unter § 2 a beschrieben.

In das Kölbchen *a* werden 50 ccm Wein abpipettirt und eine kleine Messerspitze voll chemisch reines Tannin zugesetzt, um ein zu starkes Schäumen beim Destilliren zu verhüten.

Fig. 4.

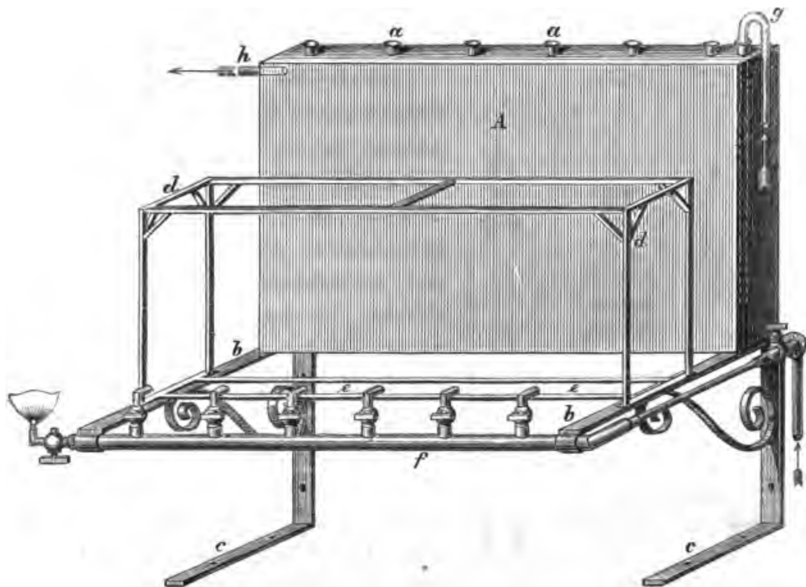


Das Kölbchen verbindet man nun durch eine Glasröhre mit dem Kühler, stellt das Kölbchen *c* unter den Auslauf des letzteren und destillirt $^2/_3$ des Weines in das Kölbchen über, d. h. so lange, bis das Destillat mindestens die Marke erreicht hat.

Das Kölbchen *c* wird hierauf mit dem Destillate gewogen.

Alsdann schüttelt man das Destillat gut durch, indem man den Kolbenhals mit dem Daumen oder einem Gummistopfen verschliesst, und bestimmt vermittelst des Pyknometers *d* das specifische Gewicht des Destillates nach § 2 a. Die Bestimmung des specifischen Gewichtes des Destillates kann natürlich auch nach § 2 b und § 2 c geschehen.

Fig. 5.



Das Destillat verwahrt man zur Prüfung auf schweflige Säure nach § 27.

Der Rückstand in dem Destillirkölbchen kann zweckmässig zur Bestimmung der Phosphorsäure nach § 19 verwandt werden.

B. Landmann[1]) hat einen Destillirapparat construirt, um 6 Bestimmungen zu gleicher Zeit vornehmen zu können und ist

---

[1]) Zeitschrift für analyt. Chemie, **22**, 394.

die Construction desselben aus Fig. 5 (S. 15) und Fig. 6 leicht zu ersehen.

Berechnung.

Es soll hier ein für allemal bemerkt werden, dass man zweckmässig alle bei der Analyse gefundenen Werthe als Gramme in 100 ccm Wein angiebt, um eine gleichmässige Darstellung aller bei der Analyse gewonnenen Resultate zu ermöglichen.

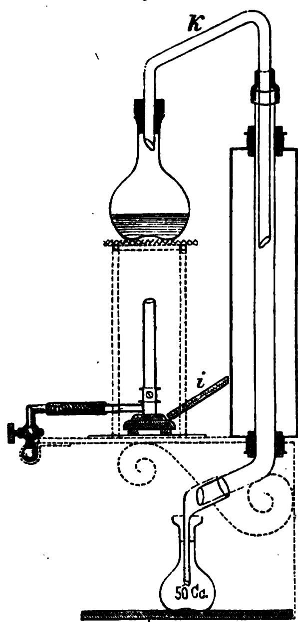


Fig. 6.

Durch die Destillation wurde sämmtlicher in dem Wein enthaltene Alkohol in das Destillat gebracht, und erfährt man den Alkoholgehalt desselben in Procenten durch Bestimmung des specifischen Gewichtes und Nachschlagen des diesem specifischen Gewichte entsprechenden Alkoholgehaltes in der nachstehend von Hehner berechneten Alkoholtabelle, S. 17, unter Gewichtsprocente. Um nun die Gesammtmenge des in dem Destillate enthaltenen Alkohols zu berechnen, hat man folgende Proportion anzusetzen:

100 : a (gefundene Alkoholprocente) = g (Gewicht des Destillates) : x.

x ergiebt dann die Gesammtmenge des in dem Destillate, also auch in den ursprünglich angewandten 50 ccm Wein, enthaltenen Alkohols. Durch Verdoppelung der so gefundenen Zahl resultiren die Gramme Alkohol, welche in 100 ccm Wein enthalten sind.

Spec. Gew. bei 15,5° C.	Gewichts-procente absoluten Alkohols	Volum-procente absoluten Alkohols	Spec. Gew. bei 15,5° C.	Gewichts-procente absoluten Alkohols	Volum-procente absoluten Alkohols
1,0000	**0,00**	**0,00**			
0,9999	0,05	0,07	**0,9969**	**1,75**	**2,20**
8	0,11	0,13	8	1,81	2,27
7	0,16	0,20	7	1,87	2,35
6	0,21	0,26	6	1,94	2,43
5	0,26	0,33	5	2,00	2,51
4	0,32	0,40	4	2,06	2,58
3	0,37	0,46	3	2,11	2,62
2	0,42	0,53	2	2,17	2,72
1	0,47	0,60	1	2,22	2,79
0	0,53	0,66	0	2,28	2,86
0,9989	**0,58**	**0,73**	**0,9959**	**2,33**	**2,93**
8	0,63	0,79	8	2,39	3,00
7	0,68	0,86	7	2,44	3,07
6	0,74	0,93	6	2,50	3,14
5	0,79	0,99	5	2,56	3,21
4	0,84	1,06	4	2,61	3,28
3	0,89	1,13	3	2,67	3,35
2	0,95	1,19	2	2,72	3,42
1	1,00	1,26	1	2,78	3,49
0	1,06	1,34	0	2,83	3,55
0,9979	**1,12**	**1,42**	**0,9949**	**2,89**	**3,62**
8	1,19	1,49	8	2,94	3,69
7	1,25	1,57	7	3,00	3,76
6	1,31	1,65	6	3,06	3,83
5	1,37	1,73	5	3,12	3,90
4	1,44	1,81	4	3,18	3,98
3	1,50	1,88	3	3,24	4,05
2	1,56	1,96	2	3,29	4,12
1	1,62	2,04	1	3,35	4,20
0	1,69	2,12	0	3,41	4,27

Spec. Gew. bei 15,5° C.	Gewichtsprocente absoluten Alkohols	Volumprocente absoluten Alkohols	Spec. Gew. bei 15,5° C.	Gewichtsprocente absoluten Alkohols	Volumprocente absoluten Alkohols
0,9939	**3,47**	**4,34**	**0,9909**	**5,31**	**6,63**
8	3,53	4,42	8	5,37	6,71
7	3,59	4,49	7	5,44	6,78
6	3,65	4,56	6	5,50	6,86
5	3,71	4,63	5	5,56	6,94
4	3,76	4,71	4	5,62	7,01
3	3,82	4,78	3	5,69	7,09
2	3,88	4,85	2	5,75	7,17
1	3,94	4,93	1	5,81	7,25
0	4,00	5,00	0	5,87	7,32
0,9929	**4,06**	**5,08**	**0,9899**	**5,94**	**7,40**
8	4,12	5,16	8	6,00	7,48
7	4,19	5,24	7	6,07	7,57
6	4,25	5,32	6	6,14	7,66
5	4,31	5,39	5	6,21	7,74
4	4,37	5,47	4	6,28	7,83
3	4,44	5,55	3	6,36	7,92
2	4,50	5,63	2	6,43	8,01
1	4,56	5,71	1	6,50	8,10
0	4,62	5,78	0	6,57	8,18
0,9919	**4,69**	**5,86**	**0,9889**	**6,64**	**8,27**
8	4,75	5,94	8	6,71	8,36
7	4,81	6,02	7	6,78	8,45
6	4,87	6,10	6	6,86	8,54
5	4,94	6,17	5	6,93	8,63
4	5,00	6,24	4	7,00	8,72
3	5,06	6,32	3	7,07	8,80
2	5,12	6,40	2	7,13	8,88
1	5,19	6,48	1	7,20	8,96
0	5,25	6,55	0	7,27	9,04

Spec. Gew. bei 15,5° C.	Gewichtsprocente absoluten Alkohols	Volumprocente absoluten Alkohols	Spec. Gew. bei 15,5° C.	Gewichtsprocente absoluten Alkohols	Volumprocente absoluten Alkohols
0,9879	**7,33**	**9,13**	**0,9849**	**9,43**	**11,70**
8	7,40	9,21	8	9,50	11,79
7	7,47	9,29	7	9,57	11,87
6	7,53	9,37	6	9,64	11,96
5	7,60	9,45	5	9,71	12,05
4	7,67	9,54	4	9,79	12,13
3	7,73	9,62	3	9,86	12,22
2	7,80	9,70	2	9,93	12,31
1	7,87	9,78	1	10,00	12,40
0	7,93	9,86	0	10,08	12,49
0,9869	**8,00**	**9,95**	**0,9839**	**10,15**	**12,58**
8	8,07	10,03	8	10,23	12,68
7	8,14	10,12	7	10,31	12,77
6	8,21	10,21	6	10,38	12,87
5	8,29	10,30	5	10,46	12,96
4	8,36	10,38	4	10,54	13,05
3	8,43	10,47	3	10,62	13,15
2	8,50	10,56	2	10,69	13,24
1	8,57	10,65	1	10,77	13,34
0	8,64	10,73	0	10,85	13,43
0,9859	**8,71**	**10,82**	**0,9829**	**10,92**	**13,52**
8	8,79	10,91	8	11,00	13,62
7	8,86	11,00	7	11,08	13,71
6	8,93	11,08	6	11,15	13,81
5	9,00	11,17	5	11,23	13,90
4	9,07	11,26	4	11,31	13,99
3	9,14	11,35	3	11,38	14,09
2	9,21	11,44	2	11,46	14,18
1	9,29	11,52	1	11,54	14,27
0	9,36	11,61	0	11,62	14,37

Spec. Gew. bei 15,5° C.	Gewichtsprocente absoluten Alkohols	Volumprocente absoluten Alkohols	Spec. Gew. bei 15,5° C.	Gewichtsprocente absoluten Alkohols	Volumprocente absoluten Alkohols
0,9819	**11,69**	**14,46**	**0,9789**	**14,00**	**17,26**
8	11,77	14,56	8	14,09	17,37
7	11,85	14,65	7	14,18	17,48
6	11,92	14,74	6	14,27	17,59
5	12,00	14,84	5	14,36	17,70
4	12,08	14,93	4	14,45	17,81
3	12,15	15,02	3	14,55	17,92
2	12,23	15,12	2	14,64	18,03
1	12,31	15,21	1	14,73	18,14
0	12,38	15,30	0	14,82	18,25
0,9809	**12,46**	**15,40**	**0,9779**	**14,91**	**18,36**
8	12,54	15,49	8	15,00	18,48
7	12,62	15,58	7	15,08	18,58
6	12,69	15,68	6	15,17	18,68
5	12,77	15,77	5	15,25	18,78
4	12,85	15,86	4	15,33	18,88
3	12,92	15,96	3	15,42	18,98
2	13,00	16,05	2	15,50	19,08
1	13,08	16,15	1	15,58	19,18
0	13,15	16,24	0	15,67	19,28
0,9799	**13,23**	**16,33**	**0,9769**	**15,75**	**19,39**
8	13,31	16,43	8	15,83	19,49
7	13,38	16,52	7	15,92	19,59
6	13,46	16,61	6	16,00	19,68
5	13,54	16,70	5	16,08	19,78
4	13,62	16,80	4	16,15	19,87
3	13,69	16,89	3	16,23	19,96
2	13,77	16,98	2	16,31	20,06
1	13,85	17,08	1	16,38	20,15
0	13,92	17,17	0	16,46	20,24

Spec. Gew. bei 15,5° C.	Gewichtsprocente absoluten Alkohols	Volumprocente absoluten Alkohols	Spec. Gew. bei 15,5° C.	Gewichtsprocente absoluten Alkohols	Volumprocente absoluten Alkohols
0,9759	**16,54**	**20,33**	**0,9729**	**18,92**	**23,19**
8	16,62	20,43	8	19,00	23,28
7	16,69	20,52	7	19,08	23,38
6	16,77	20,61	6	19,17	23,48
5	16,85	20,71	5	19,25	23,58
4	16,92	20,80	4	19,33	23,68
3	17,00	20,89	3	19,42	23,78
2	17,08	20,99	2	19,50	23,88
1	17,17	21,09	1	19,58	23,98
0	17,25	21,19	0	19,67	24,08
0,9749	**17,33**	**21,29**	**0,9719**	**19,75**	**24,18**
8	17,42	21,39	8	19,83	24,28
7	17,50	21,49	7	19,92	24,38
6	17,58	21,59	6	20,00	24,48
5	17,67	21,69	5	20,08	24,58
4	17,75	21,79	4	20,17	24,68
3	17,83	21,89	3	20,25	24,78
2	17,92	21,99	2	20,33	24,88
1	18,00	22,09	1	20,42	24,98
0	18,08	22,18	0	20,50	25,07
0,9739	**18,15**	**22,27**	**0,9709**	**20,58**	**25,17**
8	18,23	22,36	8	20,67	25,27
7	18,31	22,46	7	20,75	25,37
6	18,38	22,55	6	20,83	25,47
5	18,46	22,64	5	20,92	25,57
4	18,54	22,73	4	21,00	25,67
3	18,62	22,82	3	21,08	25,76
2	18,69	22,92	2	21,15	25,86
1	18,77	23,01	1	21,23	25,95
0	18,85	23,10	0	21,31	26,04

Spec. Gew. bei 15,5° C.	Gewichtsprocente absoluten Alkohols	Volumprocente absoluten Alkohols
0,9699	**21,38**	**26,13**
8	21,46	26,22
7	21,54	26,31
6	21,62	26,40
5	21,69	26,49
4	21,77	26,58
3	21,85	26,67
2	21,92	26,77
1	22,00	26,86
0	22,08	26,95
0,9689	**22,15**	**27,04**
8	22,23	27,13
7	22,31	27,22
6	22,38	27,31
5	22,46	27,40
4	22,54	27,49
3	22,62	27,59
2	22,69	27,68
1	22,77	27,77
0	22,85	27,86
0,9679	**22,92**	**27,95**
8	23,00	28,04
7	23,08	28,13
6	23,15	28,22
5	23,23	28,31
4	23,31	28,41
3	23,38	28,50
2	23,46	28,59
1	23,54	28,68
0	23,62	28,77
0,9669	**23,69**	**28,86**
8	23,77	28,95
7	23,85	29,04
6	23,92	29,13
5	24,00	29,22
4	24,08	29,31
3	24,15	29,40
2	24,23	29,49
1	24,31	29,58
0	24,38	29,67
0,9659	**24,46**	**29,76**
8	24,54	29,86
7	24,62	29,95
6	24,69	30,04
5	24,77	30,13
4	24,85	30,22
3	24,92	30,31
2	25,00	30,40

Beispiel:

Kölbchen + Destillat	63,7360
« leer	19,5790
Gewicht des Gesammtdestillates . .	44,1570
Pyknometer + Wasser	38,4738
« leer	8,4327
Gewicht des Wassers	30,0411
Pyknometer + Destillat	38,0682
« leer	8,4327
Gewicht des Destillates	29,6355

Specifisches Gewicht des Destillates:

$$\frac{29,6355}{30,0401} = 0,9865.$$

Einem specifischen Gewicht von 0,9865 entsprechen aber nach der Hehner'schen Tabelle 8,29 Gewichtsprocente Alkohol.

In dem Gesammtdestillate, also auch in den angewandten 50 ccm Wein, sind demnach enthalten:

$$100 : 8,29 = 44,1570 : x$$
$$x = 3,680 \text{ Gramm,}$$

in 100 ccm Wein also 2 × 3,680 = 7,36 Gramm Alkohol.

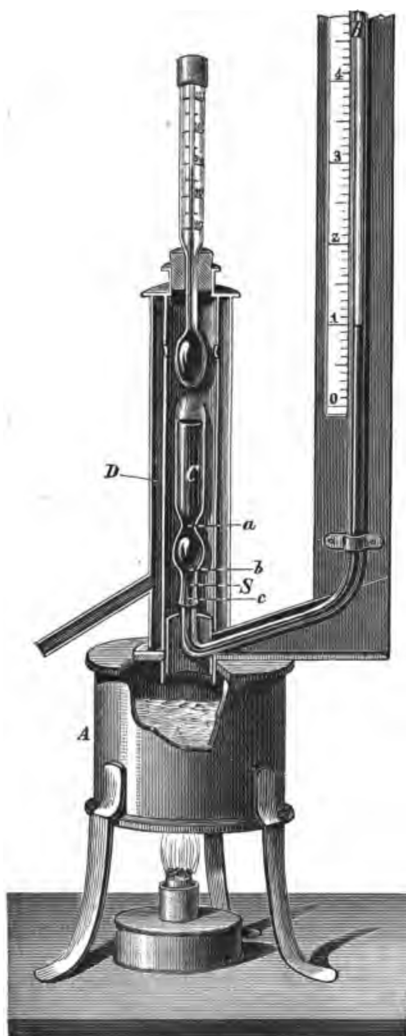
Bemerkung zu dieser Methode. Der Zusatz eines Alkalis oder einer alkalischen Erde beim Destilliren zur Bindung der in dem Weine enthaltenen flüchtigen Säuren ist nach meinen Erfahrungen in der Regel nicht nöthig, da die geringe Menge derselben, welche bei der vorgeschriebenen Art des Destillirens in das Destillat gelangt, keinen merkbaren Einfluss auf das specifische Gewicht des Destillates ausübt.

β) Bestimmung des Alkohols vermittelst des Geissler'schen Vaporimeters.

Der Apparat Fig. 7, S. 24 hat 4 wesentliche Theile:

1. ein Messing-Gefäss *A*, in welchem Wasser zum Kochen gebracht wird,

Fig. 7.



2. eine doppelt gebogene Glasröhre *B*, welche nebst der Scala auf einer Platte befestigt ist,
3. ein cylindrisches Gefäss *C*, welches mit Quecksilber und der zu prüfenden Flüssigkeit gefüllt wird,
4. ein Messing-Cylinder *D*, in dessen oberem Theil sich ein Thermometer befindet.

Beim Gebrauch des Apparates nimmt man den Messingcylinder *D* ab, sodann entfernt man von dem Messinggefäss *A* die Glasröhre mit Scala und dem cylindrischen Gefäss *C*, dreht die Röhre nach unten, nimmt das Gefäss *C* herunter und richtet die Mündung desselben nach oben. Letzteres wird nun mit reinem Quecksilber bis zu der Marke *a* (Fig. 7) gefüllt und hierauf mit der zu prüfenden Flüssigkeit bis *b*. Der Wein muss vorher, um die Kohlensäure daraus zu ent-

fernen, mit etwas gelöschtem Kalk geschüttelt und filtrirt werden. Man schliesst die Oeffnung mit dem Finger ab, kehrt das Gefäss um, damit die Flüssigkeit nach oben steigt und wiederholt dies mehrere Male, um sie möglichst viel mit dem Quecksilber und den Wandungen des Gefässes in Berührung zu bringen. Dieses Ausspülen ist um so nothwendiger, wenn mit dem Apparate vorher eine andere Flüssigkeit geprüft wurde.

Die Flüssigkeit wird nach dem jedesmaligen Ausschwenken vermittelst einer dem Apparate beigegebenen kleinen Pipette aus dem Gefäss entfernt.

Nach vollendetem Ausspülen giesst man von der Flüssigkeit bis zur Marke *b*, steckt das geschliffene Ende *S* der Glasröhre *B* mässig fest in die Oeffnung des Quecksilbergefässes und sorgt, dass alle Luft durch die Oeffnung *S* austritt und das geschliffene Ende bis in die Flüssigkeit hineinreicht. Nun dreht man diesen Theil des Apparates und befestigt ihn auf das Kochgefäss *A*, steckt den Messingcylinder *D* darüber und erwärmt das Wasser in *A* zum Sieden. Die heissen Wasserdämpfe steigen im Messingcylinder in die Höhe und erhitzen das Quecksilber, sowie die zu prüfende Flüssigkeit. Hierdurch wird ein Theil der letzteren in Dampf verwandelt, welcher auf das Quecksilber drückt und dieses in der Steigröhre *B* in die Höhe treibt. Ist der Stand der Quecksilbersäule constant geworden, so liest man direct an der Scala die Gewichts- oder Volumprocente Alkokol ab, welche in der Flüssigkeit enthalten sind. Zu gleicher Zeit beobachtet man den Stand des Thermometers, der von dem herrschenden Luftdrucke abhängig ist und sucht in einer dem Instrumente beigegebenen Tabelle den wahren Alkoholgehalt für die Siedetemperatur 100° C. auf.

Sollte das kleine Glasgefäss durch eine kalkhaltige Flüssigkeit verunreinigt worden sein, so spült man dasselbe, wie oben angegeben, mehrere Male mit verdünnter Salzsäure aus.

γ) Bestimmung des Alkohols vermittelst des Ebullioskopes.

Nach Griesmayer[1]) soll man mit diesem Instrumente bei Bestimmung des Alkoholgehaltes im Wein genaue Resultate erhalten. Das Instrument hat in Deutschland nicht viel Verwendung gefunden und soll auf dasselbe hier nur hingewiesen werden.

δ) Bestimmung des Alkohols vermittelst des Liquometers.

Nach Nessler[2]) sind die mit dem Liquometer ausgeführten Alkoholbestimmungen absolut unzuverlässig.

Bemerkung. Die Bestimmungen nach den zuletzt angegebenen Methoden werden auch hier durch die Güte und Richtigkeit der Apparate beeinflusst.

Ich gebe der Methode α) entschieden den Vorzug.

Zu einer raschen Controlbestimmung des Alkoholgehaltes in dem Weindestillate kann das Vaporimeter Verwendung finden.

b. Indirecte Methode nach Hager.[3])

Man bestimmt das specifische Gewicht des Weines nach § 2.

Hierauf werden 50 ccm Wein in einer Porzellanschale auf dem Wasserbade auf 1/3 eingedampft, der Rückstand, vor dem vollständigen Erkalten, um einer Weinsteinausscheidung vorzubeugen, in ein 50 ccm fassendes Kölbchen gebracht und nach dem Erkaltenlassen bis zur Marke mit destillirtem Wasser aufgefüllt. Von der so erhaltenen Lösung bestimmt man wieder das specifische Gewicht nach § 2.

Berechnung. Die Differenz aus den specifischen Gewichten des Weines und des entgeisteten und wieder auf das ursprüng-

---

[1]) Dingler's polytechn. Journal, 1879, 234, 129.

[2]) Die landw. Versuchsstationen, **24**, 289.

[3]) Pharmac. Centralhalle, **19**, 161.

liche Volumen aufgefüllten Weines von 1,000 subtrahirt, ergiebt das specifische Gewicht eines Weingeistes von demselben Gehalt, welchen der ursprüngliche Wein besitzt.

Die dem so gefundenen specifischen Gewicht entsprechenden Gewichtsprocente an Alkohol erfährt man aus den Hehner'schen Tabellen.

Beispiel:

Specifisches Gewicht des entgeisteten und auf das ursprüngliche Volumen aufgefüllten Weines	= 1,0065
Specifisches Gewicht des ursprünglichen Weines .	= 0,9930
	0,0135

1,000 — 0,0135 = 0,9865, entsprechend 8,29 Gewichtsprocenten Alkohol.

Bemerkung zu dieser Methode. Dieselbe kann zweckmässig zur Controle des durch die Methode § 3 a. α) erhaltenen Resultates dienen.

Das gefundene specifische Gewicht des entgeisteten und wieder auf das ursprüngliche Volumen aufgefüllten Weines kann zur indirecten Extractbestimmung nach § 4 b. verwandt werden.

Vergleichende Alkoholbestimmungen nach verschiedenen Methoden wurden von A. Kraft[1]) ausgeführt und soll auf diese Arbeit hier nur hingewiesen werden.

§ 4.

Bestimmung des Extractes.

a. Directe Methode.

α) Bei gewöhnlichen Weinen.

50 ccm Wein werden in einer tarirten Platinschale mit flachem Boden[2]) auf dem Wasserbade zur Syrupconsistenz ein-

---

1) Zeitschrift für analyt. Chemie, **12**, 48.

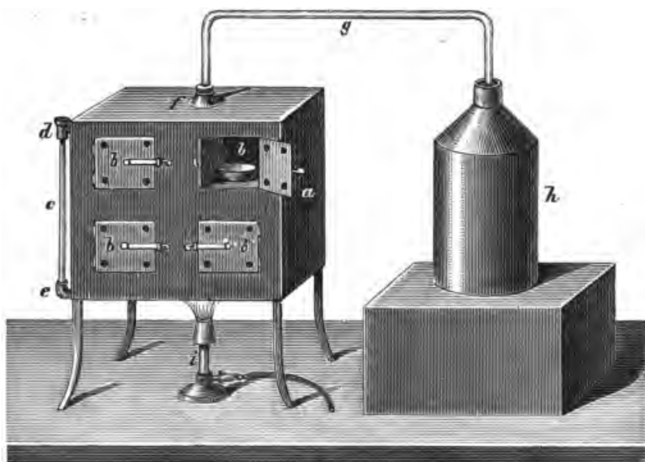
2) Die Schalen sind von Heraeus in Hanau oder der Gold- und Silberscheideanstalt in Frankfurt a. M. zu beziehen.

gedampft. Der grösseren Reinlichkeit wegen setzt man die Schale hierbei auf einen Porzellanring.

Die Schale mit Abdampfungsrückstand bringt man hierauf in einen Trockenschrank mit doppelten Wandungen, zwischen denen Wasser in lebhaftem Sieden erhalten wird. Nach dreistündigem Trocknen setzt man die Schale in einen Exsiccator, lässt erkalten und wägt dieselbe. Der Extract dient zur Bestimmung des Gehaltes an Mineralstoffen (Asche) nach § 16.

Ein Trockenschrank zur Aufnahme von 8 Schalen ist in Fig. 8 abgebildet. Derselbe besteht aus einem kupfernen Kasten *a*, welcher acht Schränkchen *b* enthält, von denen jedes mit einem

Fig. 8.



Thürchen verschliessbar ist. (In der Zeichnung sind die auf der Rückseite befindlichen Schränkchen nicht zu sehen.) Die Thürchen haben vier kleine Oeffnungen, durch welche die aus dem Extracte entweichenden Wasserdämpfe aus den Schränkchen austreten. Letztere sind von fünf Seiten von kochendem Wasser oder Dampf umspült. An der Seite trägt der Trockenschrank

ein Wasserstandsrohr *c*, welches mit dem Innern des Apparates, sowohl oben bei *d* als auch unten bei *e* in Verbindung steht.

Auf dem oberen Boden ist eine Hülse *f* aufgelöthet, in welcher vermittelst eines durchbohrten Korkes ein zweimal gebogenes Rohr *g* befestigt ist. Der abgehende Dampf wird in ein mit Wasser gefülltes Gefäss *h* geleitet, in welchem sich derselbe am Anfang condensirt. Später geräth der Inhalt des zweiten Gefässes auch ins Sieden. Von Zeit zu Zeit, wenn zuviel Wasser aus dem Trockenschrank verdampft ist, entfernt man die Lampe *i* und steigt alsdann das Wasser aus dem Condensationsgefäss in den Trockenkasten zurück und füllt sich so letzterer wieder von selbst.

Man erhält auf diese Art den glycerinhaltigen Extract und liefert die Methode übereinstimmende und genaue Resultate.[1])

E. A. Greter[2]) giebt eine directe Extractbestimmung an, indem derselbe 10 ccm Wein mit Barytwasser direct titrirt und dann eindampft. Bei dieser Methode werden die flüchtigen Säuren mitgewogen.

β) Bei Süssweinen.

Man verdünnt 10 ccm Wein auf 100 ccm mit Wasser und behandelt 40—50 ccm dieser Lösung wie unter α) angegeben.

Berechnung. Im ersten Fall α) hat man den gewogenen Extract nur zu verdoppeln. Bei β) rechnet man die gefundene Extractmenge auf 100 ccm Wein aus.

Beispiel zu β):

40 ccm Lösung lieferten 0,9534 Extract. Demnach sind in 100 ccm der Lösung enthalten

$$40:0,9534 = 100:x. \quad x = 2,383 \text{ Gramm.}$$

Da 100 ccm aus 10 ccm Wein erhalten wurden, so sind in 10 ccm Wein 2,383 Gramm, folglich in 100 ccm 23,83 Gramm.

---

[1]) Zeitschrift für analyt. Chemie, **22**, 46.

[2]) Zeitschrift für analyt. Chemie, **20**, 458.

b. Indirecte Methode.

Man dampft 50 ccm Wein in einer Platin- oder Porzellanschale auf dem Wasserbade auf $^1/_3$ ein, verdünnt den Rückstand wieder auf das ursprüngliche Volumen, wie in § 3 b. angegeben und bestimmt das specifische Gewicht der so erhaltenen Lösung nach § 2, vergl. die Bemerkung auf S. 27.

Aus den von Hager oder Schultze berechneten Tabellen findet man alsdann den dem specifischen Gewichte entsprechenden Extractgehalt.

Hager	Spec. Gewicht	Schultze	Hager	Spec. Gewicht	Schultze	Hager	Spec. Gewicht	Schultze	Hager	Spec. Gewicht	Schultze
0,84	1,0038	1,00	1,39	1,0063	1,64	1,94	1,0088	2,28	2,48	1,0113	2,92
0,86	1,0039	1,02	1,42	1,0064	1,67	1,96	1,0089	2,30	2,50	1,0114	2,94
0,88	1,0040	1,05	1,44	1,0065	1,69	1,98	1,0090	2,33	2,52	1,0115	2,97
0,90	1,0041	1,08	1,46	1,0066	1,72	2,00	1,0091	2,35	2,54	1,0116	2,99
0,92	1,0042	1,10	1,48	1,0067	1,74	2,03	1,0092	2,38	2,57	1,0117	3,02
0,94	1,0043	1,13	1,50	1,0068	1,77	2,05	1,0093	2,41	2,59	1,0118	3,05
0,96	1,0044	1,15	1,52	1,0069	1,79	2,07	1,0094	2,43	2,61	1,0119	3,07
0,98	1,0045	1,18	1,55	1,0070	1,82	2,09	1,0095	2,46	2,64	1,0120	3,10
1,00	1,0046	1,21	1,57	1,0071	1,84	2,11	1,0096	2,48	2,66	1,0121	3,12
1,02	1,0047	1,23	1,59	1,0072	1,87	2,14	1,0097	2,51	2,68	1,0122	3,15
1,04	1,0048	1,26	1,61	1,0073	1,90	2,16	1,0098	2,53	2,70	1,0123	3,17
1,06	1,0049	1,29	1,64	1,0074	1,92	2,18	1,0099	2,56	2,72	1,0124	3,20
1,08	1,0050	1,31	1,66	1,0075	1,95	2,21	1,0100	2,58	2,75	1,0125	3,23
1,10	1,0051	1,34	1,68	1,0076	1,97	2,23	1,0101	2,61	2,77	1,0126	3,25
1,12	1,0052	1,36	1,70	1,0077	2,00	2,25	1,0102	2,64	2,79	1,0127	3,28
1,15	1,0053	1,39	1,72	1,0078	2,02	2,27	1,0103	2,66	2,82	1,0128	3,30
1,17	1,0054	1,41	1,75	1,0079	2,05	2,30	1,0104	2,69	2,84	1,0129	3,33
1,19	1,0055	1,44	1,77	1,0080	2,07	2,32	1,0105	2,71	2,86	1,0130	3,35
1,22	1,0056	1,46	1,79	1,0081	2,10	2,34	1,0106	2,74	2,88	1,0131	3,38
1,25	1,0057	1,49	1,82	1,0082	2,12	2,36	1,0107	2,76	2,90	1,0132	3,41
1,27	1,0058	1,51	1,84	1,0083	2,15	2,38	1,0108	2,79	2,92	1,0133	3,43
1,30	1,0059	1,54	1,86	1,0084	2,17	2,40	1,0109	2,82	2,94	1,0134	3,46
1,32	1,0060	1,56	1,88	1,0085	2,20	2,42	1,0110	2,84	2,96	1,0135	3,48
1,34	1,0061	1,59	1,90	1,0086	2,23	2,44	1,0111	2,87	2,98	1,0136	3,51
1,37	1,0062	1,62	1,92	1,0087	2,25	2,46	1,0112	2,89	3,00	1,0137	3,54

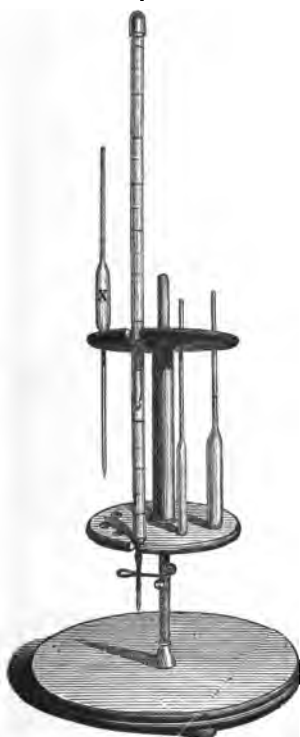
Die Angaben von Hager und Schultze weichen, wie man sieht, sehr von einander ab.

Skalweit[1]) giebt an, dass die Hager'schen Tabellen dünnen Weinen mehr entsprechen, die Schultze'schen dagegen körperreicheren. Durch den Durchschnitt zwischen Schultze und Hager'schen Zahlen soll man Werthe erhalten, die mit denjenigen bei der directen Methode gefundenen ziemlich genau übereinstimmen.

§ 5.

Bestimmung der freien Säuren.

Fig. 9.



Die saure Reaction der Weine ist bedingt durch die Gegenwart verschiedener Säuren, wie Aepfelsäure, Essigsäure, Weinsäure und saurer Salze, wie Weinstein. Zur Ausführung der Bestimmung gebraucht man:

1. eine in $^1/_{10}$ ccm eingetheilte Quetschhahnbürette mit Stativ,
2. eine 10 ccm fassende Pipette,
3. ein Bechergläschen oder eine Porzellanschale,
4. Lackmustinktur und Lackmuspapier. 5 Gramm Lackmus digerirt man längere Zeit mit 50 ccm Wasser und filtrirt. Das Filtrat theilt man in zwei gleiche Theile, säuert einen mit verdünnter Schwefelsäure ganz schwach an und fügt den andern zu. Durch Tränken von Streifen guten Filtrirpapieres mit dieser Tinktur und Trocknen der

[1]) Hannover'sche Zeitschrift »Wider die Nahrungsfälscher.«

Streifen in reiner Luft erhält man empfindliches Lackmuspapier,

5. $^1/_{10}$ Normal-Natronlauge.

Büretten und Pipetten mit Stativ sind in Fig. 9, S. 31 genau abgebildet und bedürfen keiner Besprechung.

Zur Bereitung der $^1/_{10}$ Normalnatronlösung ist es nothwendig, sich zuerst eine Normaloxalsäurelösung darzustellen.

Bereitung der Normaloxalsäurelösung.[1])

Man wägt auf einer guten Wage 63 Gramm = 1 Aeq. chemisch reine krystallisirte Oxalsäure ab, bringt die abgewogene Menge ohne Verlust in einen Literkolben (Fig. 10), füllt den Kolben zur Hälfte mit destillirtem Wasser, schwenkt so lange um, bis die Säure vollständig gelöst ist und füllt dann bis zur untersten Marke auf. Da die Messgefässe alle bei 14° R. = 17,5° C. geaicht sind, so muss man diese Temperatur beim Einstellen berücksichtigen. Die Lösung verwahrt man gut verkorkt an einem dunklen Orte. Durch längeres Erwärmen im Wasserbade in einer festverschlossenen Flasche auf 70° C. kann die Lösung haltbar gemacht werden. Man vertheilt sie zweckmässig vor dem Erwärmen in kleinere Fläschchen, da einmal geöffnet, die Lösung leicht wieder Pilzkeime aus der Luft aufnehmen kann.

Fig. 10.



Bereitung der $^1/_{10}$ Normalnatronlösung.

Man nimmt käufliche reine Soda, löst dieselbe in dem doppelten ihres Gewichtes Wasser, bringt die Lösung in einem eisernen Topf zum Kochen und setzt so lange Kalkmilch, ge-

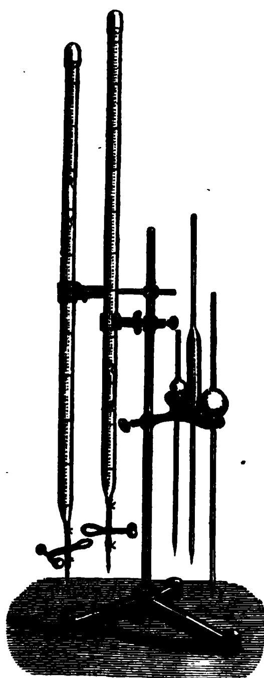
[1]) Normallösungen sind solche, bei denen 1 Aeq. der betreffenden Substanz in 1 Liter Wasser oder Alkohol gelöst ist.

wonnen durch Löschen von gebranntem Kalk, zu, bis eine filtrirte Probe in verdünnte Salzsäure gegossen keine Kohlensäureentwicklung mehr zeigt.

Die Flüssigkeit lässt man nun sich klären und zieht die klare Lösung vermittelst eines Glashebers, den man mit Wasser gefüllt hat, in eine Glasflasche ab. Durch nochmalige Zugabe von Wasser und Absetzenlassen erhält man eine zweite Lösung, die man mit der ersten unter Umschütteln vereinigt.

Hierauf verdünnt man die Gesammtlösung durch Zugabe von Wasser, bis dieselbe ein specifisches Gewicht von 1,044 besitzt. Die Prüfung des specifischen Gewichtes geschieht vermittelst eines Araeometers.

Fig. 11.



Titerstellung.

Man füllt eine Bürette mit der Normaloxalsäurelösung bis zum Nullpunkt, indem man die Bürette bis zum oberen Rande vollgiesst, den Quetschhahn mehrere Male hinter einander rasch öffnet, um etwaige Luftblasen, die sich im Innern des Gummischlauches etwa festgesetzt haben, zu entfernen und füllt dann genau bis zur Marke auf. In gleicher Weise füllt man eine andere Bürette, die zweckmässig mit der ersteren auf einem Stativ befestigt ist (Fig. 11), mit obiger Natronlauge.

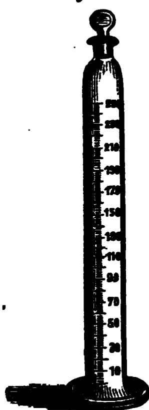
Von der Oxalsäurelösung lässt man nun genau 20 ccm durch Oeffnen des Quetschhahns in ein Becherglas laufen, setzt einige Tropfen der Lackmustinctur zu und fügt solange Natronlauge unter Umrühren mit einem Glasstabe zu, bis

die durch die Lackmuslösung geröthete Oxalsäurelösung eben blau wird; wartet einige Augenblicke, bis die Lösung in der Bürette zusammengelaufen ist und liest dann die verbrauchten Cubikcentimeter ab.

Angenommen, man habe jetzt eine Natronlösung, die etwas zu stark ist und man habe zu 20 ccm der Oxalsäurelösung 15 ccm Natronlauge verbraucht, so müssen je 15 ccm der letzteren zu 20 ccm verdünnt werden.

Man bedient sich hierzu eines graduirten Maasscylinders (Fig. 12). In denselben bringt man 150 ccm der Natronlösung, setzt bis zu 200 ccm destillirtes Wasser zu und schüttelt gut durch. Durch abermalige Prüfung mit 20 ccm Oxalsäurelösung überzeugt man sich, ob jetzt genau 20 ccm der Natronlösung nothwendig sind, um die mit Lackmus geröthete Oxalsäurelösung eben blau zu färben. Ergiebt sich hierbei, dass die Natronlauge noch zu stark ist, so macht man noch kleine Zusätze von Wasser zu derselben und prüft, wie angegeben, bis der richtige Endpunkt erreicht ist. Die so erhaltene Natronlösung ist Normalnatronlösung.

Fig. 12.



Von der Normalnatronlösung verdünnt man nun 100 ccm auf ein Liter und erhält hierdurch die $^1/_{10}$ Normalnatronlösung. Die Natronlösungen verwahrt man am Besten in Glasflaschen auf, die in einem durchbohrten Kork ein kleines mit Kalistückchen oder Natronkalk gefülltes Röhrchen tragen.

Ausführung bei Wein.

10 ccm Wein werden vermittelst einer Pipette in ein Becherglas gebracht, bei Weissweinen mit etwas Lackmustinctur gefärbt und nun aus einer Bürette $^1/_{10}$ Normalnatronlösung unter Umrühren mit einem Glasstabe zufliessen lassen, bis eben eine Farbenänderung von roth in violett bei dem Weine beobachtet wird.

Die Endreaction bestimmt man durch Herausnahme kleiner Proben vermittelst des Glasstabes und Prüfen durch Betupfen auf empfindliches schwach rothes Lackmuspapier, bis sich in der Mitte nach dem Aufsaugen der Flüssigkeit in das Papier ein deutlich blauer Fleck zeigt, nach jedesmaliger Zugabe von einigen Tropfen der Natronlösung.

Berechnung. Es ist allgemein angenommen, die durch die Titration gefundene Säuremenge auf Weinsäure zu berechnen, obgleich die Weine auch noch andere Säuren im freien Zustande oder als saure Salze enthalten.

Beispiel:

Zu 10 ccm Wein wurden verbraucht 9,5 ccm $^1/_{10}$ Normalnatronlösung. 1 ccm $^1/_{10}$ Normalnatronlauge entspricht 0,0075 Gramm Weinsäure (Aeq. der Weinsäure = 75), folglich entsprechen die verbrauchten 9,5 ccm $9{,}5 \times 0{,}0075 = 0{,}0712$ Gramm Weinsäure. In 10 ccm Wein sind demnach enthalten 0,0712 Gramm, folglich in 100 ccm = 0,712 Gramm.

Reitlechner[1]) wendet an Stelle der Natronlauge Kalkwasser zur Titration an und empfiehlt solches den Praktikern, da dasselbe sich leicht herstellen lässt.

Man übergiesst in einer Flasche von 1—2 Liter Inhalt einige haselnussgrosse Stücke reinen gebrannten Kalk mit gewöhnlichem kalten Brunnenwasser und füllt mit demselben die Flasche bis zu etwa vier Fünfteln, so dass man den Inhalt noch umschwenken kann. Man wiederholt das Schwenken nach einiger Zeit und lässt dann den ungelöst gebliebenen Kalk sich absetzen. Die darüberstehende Flüssigkeit ist das Kalkwasser.

Da nun das Wasser um so mehr Kalk löst, je kälter dasselbe ist, so ist es nothwendig, die Temperatur des Kalkwassers genau zu notiren, wenn man dasselbe zur Säurebestimmung vermittelst eines Glashebers aus der Flasche vorsichtig, ohne den

---

[1]) Weinlaube **11**, (1879) 169.

ungelösten Kalk aufzurühren, heraushebt. Vor dem jedesmaligen Gebrauche muss die Lösung frisch durchgeschüttelt und wieder absitzen gelassen werden.

Die Titration geschieht wie mit Natronlauge. Bei gefärbten Weinen wird der Sättigungspunkt sehr genau durch das Auftreten einer grossen flockigen Trübung angezeigt.

1 ccm Kalkwasser entspricht:

bei	13,0°	C.	=	0,000340	Gramm	Weinsäure	in	100	ccm,
«	14,6°	«	=	0,000338	«	«	«	«	«
«	16,2°	«	=	0,000336	«	«	«	«	«
«	17,8°	«	=	0,000334	«	«	«	«	«
«	19,5°	«	=	0,000332	«	«	«	«	«
«	20,3°	«	=	0,000331	«	«	«	«	«
«	21,2°	«	=	0,000330	«	«	«	«	«
«	22,1°	«	=	0,000329	«	«	«	«	«
«	23,9°	«	=	0,000329	«	«	«	«	«

Beispiel:

Zu 10 ccm Wein seien verbraucht worden von einer bei 19,5° C. gesättigten Kalklösung 27 ccm, so entsprechen diese 27 × 0,000332 = 0,08954 Gramm Weinsäure. In 10 ccm sind demnach enthalten 0,08954 Gramm, in 100 ccm = 0,895 Gramm Säure als Weinsäure ausgedrückt.

F. Schwackhöfer[1]) empfiehlt, bei Rothweinen die Titration mit Barytlösung von bekanntem Gehalte vorzunehmen.

E. Mach und K. Portele[2]) machen darauf aufmerksam, dass die Temperatur von wesentlichem Einfluss auf die Richtigkeit der Bestimmung der Gesammtsäure im Wein ist. Wird die Bestimmung immer bei Zimmertemperatur vorgenommen und hat diese Temperatur auch der Wein angenommen, so sind die Fehler nicht bedeutend.

---

[1]) Annalen der Oenologie, Bd. 2, 347.

[2]) Weinlaube, 11, (1879), 449.

§ 6.

Bestimmung der flüchtigen und fixen Säuren.

50 ccm Wein werden aus einem Kölbchen auf dem Sandbade bis auf 10 ccm in eine Vorlage, die bei 200 ccm eine Marke trägt, abdestillirt. Zu dem Rückstande giebt man nach dem Erkalten ca. 50 ccm Wasser, destillirt wieder und setzt das Destilliren unter jedesmaliger Zugabe von 50 ccm Wasser so lange fort, bis das Gesammtdestillat 200 ccm beträgt. Den Rückstand in dem Kölbchen verwendet man zur Bestimmung des Kalkes und der Magnesia nach § 20.

Durch Titriren des Destillates mit $^1/_{10}$ Normalnatronlösung und Berechnen auf Essigsäure (Aeq. = 60), da diese Säure im Destillate bei Weitem vorherrscht, erhält man die in dem Weine enthaltene Menge an flüchtigen Säuren.

Berechnet man dagegen die gefundene Säuremenge auf Weinsäure (Aeq. = 75) und subtrahirt dieselbe von der nach § 5 gefundenen Gesammtmenge freier Säure, so erhält man den Gehalt an fixen Säuren.

Beispiele:

a. Zum Destillate von 50 ccm Wein wurden verbraucht 4,5 ccm $^1/_{10}$ Normalnatronlösung. 1 ccm $^1/_{10}$ Normalnatronlösung entspricht 0,0060 Gramm Essigsäure, folglich die verbrauchten 4,5 ccm $4{,}5 \times 0{,}0060 = 0{,}027$ Gramm Essigsäure, die in 50 ccm Wein enthalten ist oder in 100 ccm Wein $2 \times 0{,}027 = 0{,}054$ Gramm Essigsäure.

b. Die gefundene Säure auf Weinsäure berechnet ergiebt $4{,}5 \times 0{,}0075 = 0{,}034$ Gramm in 50 ccm Wein, in 100 ccm demnach $2 \times 0{,}034 = 0{,}068$ Gramm. Durch directe Titration des Weines wurden gefunden 0,712 Gramm, folglich enthält der Wein an fixen Säuren $0{,}712 - 0{,}054 = 0{,}658$ Gramm.

Nessler und Barth[1]) destilliren aus einem Chlorcalcium-

---

[1]) Zeitschrift für analyt. Chemie, **22**, 166.

bade bei einer Temperatur von 119° C. Die Chlorcalciumlösung hat ein specifisches Gewicht von 1,41 und enthält 41 % Chlorcalcium. Gegen Ende der Destillation wird ein Kohlensäurestrom eingeleitet.

Fig. 13.



B. Landmann[1]) bedient sich des in Fig. 13 veranschaulichten Apparates und destillirt unter Zuhülfenahme von Wasserdampf.

A und *B* sind zwei durch Glasröhren verbundene Kochflaschen, von denen *A* ca. 500 ccm fasst und mit 300 ccm Wasser gefüllt wird. In *B* (Inhalt ca. 300 ccm) giebt man 50 ccm Wein, sowie zur Vermeidung des Aufschäumens eine Messerspitze voll Tannin. Die Glasrohrverbindung reicht in dem Kolben *B* bis nahe an den Boden und ist nach unten ziemlich stark verengt. Von *B* führt ein Destillationsrohr, 6 mm weit, über dem Stopfen mit einer Kugel versehen und an dem in dem Hals des Kolbens befindlichen Ende schräg abgeschliffen, in den Kühler *C*. Der Vorlagekolben *D* fasst bis zum Hals 200 ccm.

Bei Ausführung der Bestimmung werden die Flüssigkeiten in den Kolben *A* und *B* gleich-

---

[1]) Zeitschrift für analyt. Chemie, **22**, 516.

zeitig zum lebhaften Kochen erhitzt und sobald dies erreicht ist, wird die Flamme unter *B* kleiner gemacht. Der Versuch wird beendet, wenn 200 ccm übergegangen sind. Der Inhalt der Vorlage wird als Essigsäure titrirt.

§ 7.

Bestimmung des Weinsteins.

50 ccm Wein werden in einer Porzellanschale unter Zugabe von etwas Quarzsand[1]) auf dem Wasserbade zur Syrupdicke eingedampft und nach dem Erkalten ca. 70 ccm Weingeist (96%) unter beständigem Umrühren zugegossen. Nach 12stündigem Stehen bei möglichst niederer Temperatur wird filtrirt, die ausgeschiedene Masse mit Alkohol ausgewaschen, bis das Filtrat ein mit Wasser angefeuchtetes Stückchen blaues Lackmuspapier nicht mehr röthet. Das alkoholische Filtrat dient zur Bestimmung der freien Weinsäure nach § 8.

Nun giebt man das Filter in die Schale zurück, setzt heisses Wasser zu und filtrirt durch ein neues Filterchen. Das Ausziehen mit heissem Wasser wird so lange wiederholt, bis das Filtrat keine sauere Reaction mehr zeigt und alsdann wird letzteres mit $^1/_{10}$ Normalnatronlauge titrirt.

Berechnung. 1 ccm $^1/_{10}$ Normalnatronlauge entspricht 0,0188 Gramm Weinstein. Die so gefundene Menge Weinstein hat man alsdann mit 2 zu multipliciren, um die Gramme zu finden, welche in 100 ccm Wein enthalten sind.

Beispiel:

Zur Titration des Weinsteins aus 50 ccm Wein wurden verbraucht 5,0 ccm $^1/_{10}$ Normalnatronlauge. $1:0{,}0188 = 5{,}0:x$.

---

[1]) Den Quarzsand stellt man aus gewaschenen Kieselsteinen durch Glühen, Abschrecken derselben in Wasser und darauffolgendes Zerstossen in einem Mörser dar. Derselbe wird mit verdünnter Salzsäure in einer Porzellanschale ausgekocht und so lange mit Wasser ausgewaschen, bis das Waschwasser nicht mehr sauer reagirt.

$x = 0,0940$. Folglich $0,0940 \times 2 = 0,188$ Gramm in 100 ccm Wein.

Berthelot und A. de Fleurieu[1]) versetzen 10 ccm des Weines mit 50 ccm eines Gemisches von gleichen Theilen Alkohol und Aether, lassen 24 Stunden stehen, filtriren den ausgeschiedenen Weinstein ab und titriren letzteren mit Barytlösung von bekanntem Gehalt.

Zu dem gefundenen Weinstein sind noch 2 mg hinzu zu addiren, welche in der Alkohol-Aetherlösung gelöst bleiben.

Jokisch und Bolley[2]) haben die Methode von Berthelot und Fleurieu geprüft und gefunden, dass der durch Alkoholäther abgeschiedene Weinstein noch 2,76 % Kalk enthält. Rechnet man diesen auf Kali resp. Weinstein um, so ergiebt sich ein Unterschied von etwa 2 % vom Weinstein, ein Fehler, der nicht grösser ist als der durch unvollkommene Fällung des Weinsteins in Aether-Alkohol entstehende. Die Titrirung mit Barytlösung hat nach den Verfassern keinen Vorzug vor derjenigen mit Natronlauge.

Ed. Kissel[3]) hat Versuche über die Löslichkeit des Weinsteins in wässerigen und alkoholischen Flüssigkeiten unternommen und ebenfalls die Berthelot-Fleurieu'sche Methode geprüft. Nach diesen Versuchen kann man nach obiger Angabe 2 mg Weinstein als in der Alkohol-Aetherlösung in Lösung bleibend in Rechnung ziehen.

E. Mach[4]) hat eine grössere Arbeit über den Einfluss der verschiedenen Weinbestandtheile auf die Löslichkeit des Weinsteins veröffentlicht, auf welche hier nur hingewiesen werden soll.

---

[1]) Zeitschrift für analyt. Chemie, **3**, 216.

[2]) Zeitschrift für analyt. Chemie, **6**, 268.

[3]) Zeitschrift für analyt. Chemie, **8**, 411.

[4]) Weinlaube, **11**, 448 und f.

E. Mach und C. Portele[1]) haben die Berthelot-Fleurieu'sche Methode der Weinsteinbestimmung insofern abgeändert, als dieselben auf die Gesammtmenge der freien Säure dabei Rücksicht nehmen. Enthält ein Wein weniger als 2,0 % freie Säure, so engen sie den Wein entsprechend durch Verdampfen ein und verfahren alsdann genau nach der Berthelot-Fleurieu'schen Methode. Ferner addiren dieselben zum gefundenen Weinstein 0,0025 Gramm, weil sie diese Zahl richtiger für die Löslichkeit in der Alkohol-Aethermischung durch Versuche gefunden haben, als 0,002 Gramm.

J. Piccard[2]) setzt bei der Methode von Berthelot und Fleurieu zu dem Weine etwas Quarzsand und lässt dreimal 24 Stunden in einem Eisschrank stehen, um eine gute Krystallisation des Weinsteins zu erhalten. Doch bleiben auch hierbei 2 mg Weinstein in Lösung.

C. Amthor[3]) macht darauf aufmerksam, dass bei gegypsten Rothweinen das in denselben enthaltene Kaliumbisulfat bei der wiederholt angegebenen Methode durch die Alkohol-Aethermischung theilweise ausgefällt und mit als Weinstein titrirt wird.

Dieser Einwand ist jedoch nach meinen Versuchen nicht gerechtfertigt, da mit dem Weinstein nur Kaliumsulfat auskrystallisirt.

Bemerkung. Alle bis jetzt bekannten Methoden zur Bestimmung des Weinsteins liefern keine vollkommen befriedigenden Resultate, so dass eine weitere eingehende Bearbeitung dieses Gegenstandes wünschenswerth erscheint.

§ 8.

Bestimmung der freien Weinsäure.

Das alkoholische Filtrat vom ausgeschiedenen Weinstein in § 7 wird auf ein bestimmtes Volumen mit Wasser aufgefüllt

---

[1]) Weinlaube, **11**, 207.

[2]) Archives des sciences physiques et naturelles, [3] **6**, 267 und Zeitschrift für analyt. Chemie, **21**, 424.

[3]) Zeitschrift für analyt. Chemie, **21**, 197.

und in zwei gleiche Theile getheilt. Den einen Theil neutralisirt man genau mit $^1/_{10}$ Normal-Kalilösung, vereinigt alsdann die beiden Theile, destillirt den Alkohol ab, bringt den Rückstand in eine Porzellanschale, setzt etwas Quarzsand zu, verdampft auf dem Wasserbade zur Syrupconsistenz und verfährt mit dem Rückstand genau, wie in § 7 bei der Bestimmung des Weinsteins angegeben ist.

Berechnung. 1 ccm $^1/_{10}$ Normalnatronlösung entspricht 0,0075 Gramm Weinsäure, da man aber nur die Hälfte der im Weine enthaltenen freien Weinsäure titrirt, so entspricht 1 ccm $^1/_{10}$ Normalnatronlauge 0,0150 Gramm der im Weine enthaltenen freien Weinsäure. Die so gefundene Menge Weinsäure hat man mit 2 zu multipliciren, um die Gramme zu finden, welche in 100 ccm Wein enthalten sind.

Beispiel:

Zur Titration des aus der freien Weinsäure gebildeten Weinsteins aus 50 ccm Wein wurden verbraucht 0,9 ccm $^1/_{10}$ Normalnatronlauge. $1 : 0{,}0150 = 0{,}9 : x$, $x = 0{,}01350$. Folglich $0{,}0135 \times 2 = 0{,}027$ Gramm in 100 ccm Wein.

Berthelot und A. de Fleurieu[1]) messen 50 ccm des Weines ab und sättigen davon 10 ccm mit Kali. Beide Flüssigkeiten werden jetzt wieder mit einander gemischt und $^1/_5$ des Gemisches (entsprechend 10 ccm Wein) mit 50 ccm Aetheralkohol versetzt, 24 Stunden stehen gelassen und der ausgeschiedene Weinstein abfiltrirt und titrirt. Der Ueberschuss an Weinstein, den man erhält im Vergleiche zu der bei der Bestimmung des Weinsteins allein ohne Zusatz von Kali gefundenen Weinsteinmenge, entspricht der im Weine enthaltenen freien Weinsäure.

Ed. Kissel[2]) hat auch diese Methode geprüft und befriedigende Resultate erhalten.

---

[1]) l. c.
[2]) l. c.

E. Mach und C. Portele[1]) stellten in Flüssigkeiten, welche unbekannte Mengen von Weinsäure neben Aepfelsäure und Gerbsäure enthalten, unter Zusatz wechselnder Mengen von Kalilösung erst eine Reihe weiter auseinander liegender Versuche an, deren äusserste Grenze jedenfalls der Hälfte der Gesammtsäure entspricht. Hat man sich so über den beiläufigen Weinsäuregehalt orientirt, so muss man in weiteren 5 Versuchen die Menge der zugesetzten Kalilauge nur innerhalb enger Grenzen schwanken lassen. Die höchste Angabe ist alsdann die richtigste.

J. Piccard[2]) versetzt 10 ccm Wein mit einigen Krystallen Kaliumacetat, zwei bis drei Tropfen Essigsäure, 25 ccm Alkohol, ebensoviel Aether und einer Messerspitze voll gereinigtem Quarzsand, lässt dreimal 24 Stunden im Eisschrank stehen und titrirt alsdann den ausgeschiedenen und abfiltrirten Weinstein. Die Berechnung geschieht wie bei der Methode von Berthelot und Fleurieu.

Ad. Claus[3]) dampft zum Nachweis der freien Weinsäure den Wein zur Consistenz eines beweglichen Syrups und schüttelt diesen nach dem Erkalten mit Aether aus. Ist freie Weinsäure vorhanden, so erhält man nach dem Eindunsten der ätherischen Lösung einen krystallinischen Rückstand, der nach dem Lösen in wenig Wasser oder Weingeist auf Zusatz einer alkoholischen Lösung von essigsaurem Kali Weinsteinkrystalle abscheidet.

Nessler und Barth[4]) dampfen zum qualitativen Nachweis der freien Weinsäure 100 ccm Wein bis zum dünnen Syrup ein, scheiden den Weinstein auf gewöhnliche Weise mit Alkohol ab, verdampfen den Weingeist, nehmen den Rückstand mit Wasser auf, filtriren durch gereinigte Thierkohle und versetzen das Filtrat kalt mit ungefähr $1^1/_2$—2 ccm einer 20procentigen

---

[1]) l. c.

[2]) l. c.

[3]) Zeitschrift für analyt. Chemie, **17**, 314.

[4]) Zeitschrift für analyt. Chemie, **21**, 61.

Lösung von essigsaurem Kalk. Bei Gegenwart von freier Weinsäure bildet sich eine krystallinische Ausscheidung.

R. Kayser[1]) macht darauf aufmerksam, dass bei allen gebräuchlichen Methoden zur Bestimmung des Weinsteins und der freien Weinsäure, die als neutrales Kalksalz abgeschiedene Weinsäure keine Berücksichtigung findet.

Bemerkung. Von den empfohlenen Methoden zur Bestimmung der freien Weinsäure gilt auch das in der Anmerkung zu § 8 Gesagte. Selbstverständlich kann freie Weinsäure nur dann gefunden werden, wenn der Kaligehalt des Weines nicht ausreicht, die vorhandene Weinsäure als Weinstein auszuscheiden.

§ 9.

Bestimmung der Citronensäure.

Nessler und Barth[2]) haben folgendes Verfahren empfohlen.

100 ccm Wein werden auf etwa 7 ccm eingedampft; nach dem Erkalten wird mit 80procentigem Weingeist alles darin Unlösliche abgeschieden, nach etwa einstündigem Stehen filtrirt, der Weingeist verdampft, der Rückstand mit Wasser auf etwa 20 ccm gebracht und durch Zusatz von etwas dünner Kalkmilch ein Theil der Säure abgestumpft (Rothweine erhalten hier einen Zusatz von etwas ausgelaugter Thierkohle); nun wird filtrirt; das Filtrat, welches noch deutlich sauer sein muss, wird mit Wasser auf das ursprüngliche Volumen des Weines gebracht und etwa 0,5 bis 1 ccm einer kalt gesättigten Lösung von neutralem, essigsaurem Blei unter sehr energischem Umschütteln zugesetzt. Der Bleiniederschlag enthält einen Theil der Aepfelsäure (ein anderer Theil derselben ist als saures Bleisalz in der sauren verdünnten Flüssigkeit in Lösung geblieben), Phosphorsäure, eine Spur Schwefelsäure, Weinsäure und Citronensäure. Er wird ab-

---

[1]) Zeitschrift für analyt. Chemie, **23**, 28.

[2]) Zeitschrift für analyt. Chemie, **21**, 62.

filtrirt, mit kaltem Wasser ausgewaschen, sammt dem Filter in einem geschlossenen Kolben mit gesättigtem Schwefelwasserstoffwasser energisch durchgeschüttelt und dadurch zersetzt; nach längerem Stehen wird die vollkommen klare und farblose Flüssigkeit, welche die oben genannten Säuren enthält, abfiltrirt, der Rückstand mit Schwefelwasserstoffwasser ausgewaschen, der Schwefelwasserstoff durch Eindampfen verjagt, die etwa 15 ccm betragende Flüssigkeit mit dünner Kalkmilch schwach alkalisch gemacht und so die Phosphorsäure abgeschieden, dann filtrirt, das Filtrat mit möglichst wenig Essigsäure angesäuert und durch $^1/_2$ bis 1stündiges Stehen die eventuell vorhandene Weinsäure in Form von weinsaurem Kalk in genügendem Grade entfernt. Man dampft die Flüssigkeit zum Beseitigen der freien Essigsäure bis zur Trockene ein, nimmt mit etwas heissem Wasser auf und concentrirt nochmals, bis der citronensaure Kalk krystallinisch sich abscheidet. Einmal ausgeschieden, löst er sich in heissem Wasser nicht mehr, er wird abfiltrirt, heiss ausgewaschen, getrocknet und gewogen.

Berechnung. 100 Theile citronensaurer Kalk entsprechen 73,68 Citronensäure.

§ 10.

Bestimmung der Aepfelsäure.[1])

R. Kayser[2]) hat folgende Methode empfohlen:

100 ccm Wein werden auf die Hälfte eingedunstet, mit Natriumcarbonat übersättigt in einen graduirten Messcylinder von 100 ccm Inhalt mit 10 ccm concentrirter Baryumchloridlösung versetzt, mit Wasser auf 100 ccm aufgefüllt, tüchtig umgeschüttelt und sodann 12 bis 24 Stunden stehen gelassen. Von den Säuren des Weines bleiben hiernach nur Aepfelsäure und

---

1) Siehe § 12.

2) Repert. für analyt. Chemie, 1, 210.

Essigsäure in Lösung. Letztere wird durch ein trockenes Filter abfiltrirt, 10 bis 20 ccm des Filtrates mit Salzsäure in Ueberschuss versetzt und im Wasserbade zur Trockene verdunstet. Hierbei verflüchtet sich die freie Salzsäure und Essigsäure, während im Rückstand nur neutrale Chloride und freie Aepfelsäure bleiben, die durch Titration mit $^1/_{10}$ Normalnatronlauge bestimmt wird.

Bei stark gefärbten Weinen muss der Titrirung eine Entfärbung mit Thierkohle vorausgehen.

Durch das Eindampfen wird aber immer ein Theil der Aepfelsäure zersetzt und der Gehalt an solcher im Weine zu niedrig gefunden.

Berechnung. 1 ccm $^1/_{10}$ Normalnatron entspricht 0,0134 Gramm Aepfelsäure.

§ 11.

Bestimmung der Bernsteinsäure.[1])

R. Kayser[2]) empfiehlt folgende Methode:

200 ccm Wein werden auf die Hälfte verdunstet, dann mit Kalkwasser bis zur alkalischen Reaction versetzt und filtrirt; hierdurch wird die Phosphorsäure und der grösste Theil der Weinsteinsäure entfernt. In das Filtrat wird zur Entfernung des überschüssigen Kalkes Kohlensäure geleitet, darauf zum Sieden erhitzt, aus dem neutralen Filtrate die Bernsteinsäure durch Eisenchlorid als basisch bernsteinsaures Eisenoxyd abgeschieden, letzteres mit 70procentigem Weingeist gewaschen, getrocknet, geglüht und das restirende Eisenoxyd gewogen.

Berechnung. 100 Eisenoxyd entsprechen 110,625 Bernsteinsäure.

Nach den Untersuchungen von C. Schmitt und Hiepe[3])

---

[1]) Siehe § 12.
[2]) Repert. für analyt. Chemie, 1, 210.
[3]) Zeitschrift für analyt. Chemie, **21**, 535.

ist die Methode mit Fehlerquellen behaftet, da z. B. bei gleichzeitiger Anwesenheit von Weinsäure, die bei der bedeutenden Menge von Flüssigkeit in Lösung bleibt, mit Eisenchlorid nur eine unbedeutende Fällung eintritt.

J. Macagno[1]) digerirt den Wein mit frisch bereitetem Bleioxydhydrat und dampft mit demselben im Wasserbade ein. Nach Zusatz einer weiteren, kleinen Menge von Bleioxyd zieht man mit absolutem Alkohol aus. Die mit Alkohol extrahirten Bleisalze werden mit 10procentiger wässeriger Lösung von salpetersaurem Ammon ausgekocht, die Lösung durch Einleiten von Schwefelwasserstoff vom Blei befreit und nach dem Filtriren das Filtrat zur Befreiung von Schwefelwasserstoff längere Zeit erhitzt. Ist der Schwefelwasserstoff entfernt, so wird die Lösung mit Ammoniak neutralisirt und die Bernsteinsäure mit Eisenchlorid gefällt. Nach diesem Verfahren soll alle Bernsteinsäure als Eisensalz erhalten werden.

§ 12.

Bestimmung der Gesammtweinsäure, der Bernsteinsäure und der Aepfelsäure.

C. Schmitt und C. Hiepe[2]) wenden zur Bestimmung der fixen organischen Säuren in Wein die folgende Methode an:

200 ccm Wein werden auf die Hälfte concentrirt und erkaltet mit Bleiessig bis zur alkalischen Reaction versetzt. Nach einiger Zeit wird der Bleiniederschlag abfiltrirt und mit kaltem Wasser so lange ausgewaschen, bis nur noch eine schwache Bleireaction im Filtrat eintritt. Der Niederschlag wird von dem Filter mit heissem Wasser in ein Becherglas gespritzt, etwas mehr Wasser zugefügt und dann heiss mit Schwefelwasserstoff

---

[1]) Berliner Berichte, 8, 257.

[2]) Zeitschrift für analyt. Chemie, 21, 539.

zersetzt. Es wird heiss filtrirt und das Schwefelblei mit siedendem Wasser bis zum Verschwinden der sauren Reaction ausgewaschen. Das Filtrat wird bis auf 50 ccm eingedampft und mit Kalilauge genau neutralisirt. Man fügt jetzt einen Ueberschuss einer gesättigten Lösung von Calciumacetat zu, lässt unter öfterem Umrühren 4 bis 6 Stunden stehen, filtrirt und wäscht aus, bis das Filtrat und Waschwasser genau 100 ccm beträgt.

Der Niederschlag von Calciumtartrat wird durch Glühen in einem Platintiegel in Aetzkalk verwandelt und dieser, je nach der Menge mit 10 bis 15 ccm Normalsalzsäure übergossen. Die Lösung bringt man in ein Becherglas, verdünnt mit Wasser und titrirt den Säureüberschuss mit Normallauge zurück. Für jeden Cubikcentimeter Normalsäure, der durch Aetzkalk gesättigt worden ist, werden 0,075 Gramm Weinsäure berechnet und der so erhaltenen Menge noch 0,0286[1]) Gramm zugezählt. Die Summe repräsentirt die in 200 ccm Wein enthaltene Gesammtweinsäure.

Das Filtrat vom Calciumtartrat wird bis etwa auf 20 bis 30 ccm verdampft, erkalten lassen und mit dem dreifachen Volumen 96procentigem Alkohol versetzt. Nach einigen Stunden wird der Niederschlag auf einem vorher getrockneten und gewogenen Filter gesammelt, bei 100° C. getrocknet und gewogen. Derselbe repräsentirt die Kalksalze der Aepfelsäure, der Bernsteinsäure, der noch in Lösung gebliebenen Weinsäure und der Schwefelsäure. Der Niederschlag wird mit heissem Wasser und nicht zu viel Salzsäure gelöst, filtrirt, das Filtrat heiss mit Kaliumcarbonat bis eben zur alkalischen Reaction versetzt und das Calciumcarbonat abfiltrirt. Das Filtrat enthält jetzt die Kalisalze der betreffenden Säuren. Dasselbe wird mit Essigsäure neutralisirt, bis auf einen kleinen Rest eingedampft und siedend heiss mit Chlorbaryum gefällt. Der Niederschlag von bernstein-

[1]) Es ist dies die Menge Weinsäure, welche dem in Lösung gebliebenen Calciumtartrat (0,0358 Gramm) entspricht.

saurem und schwefelsaurem Baryum wird auf dem Filter mit verdünnter Salzsäure behandelt und in dem Filtrate, welches jetzt nur das bernsteinsaure Baryum enthält, (das auf dem Filter zurückbleibende Baryumsulfat wird geglüht und gewogen), wird durch Zugabe von Schwefelsäure der Baryt ausgefällt. Das erhaltene Baryumsulfat wird abfiltrirt, ausgewaschen, getrocknet geglüht und gewogen. 223 Baryumsulfat entsprechen 118 Bernsteinsäure.

Die Bernsteinsäure, die Schwefelsäure, sowie die in Lösung gebliebene Menge Weinsäure = 0,0286 Gramm berechnet man auf die entsprechenden Kalkverbindungen und subtrahirt dieselben von dem Gewichte des oben erhaltenen Gesammtkalkniederschlages; der Rest ist äpfelsaures Calcium, von welchem 172 mg 134 mg Aepfelsäure entsprechen.

§ 13.
Prüfung des Weines vermittelst des Polarisationsapparates.

Das Verhalten des Weines zum polarisirten Licht giebt Aufschluss darüber:

1. ob ein Wein noch unvergohrenen Zucker enthält;
2. ob ein Wein unter Mitverwendung von künstlichem Traubenzucker (Kartoffelzucker) bereitet wurde und dem zu Folge noch die unvergährbaren Stoffe des letzteren in dem Weine vorhanden sind.[1])

Das Polaristrobometer von Wild.[2])

Der Apparat (Fig. 14, S. 50) besteht aus einem eisernen Dreifuss *E*, auf welchem die Messingsäule *F* aufgeschraubt ist. Diese trägt oben den horizontal und vertical beweglichen Support,

[1]) Zeitschrift für analyt. Chemie, **15**, 188, **16**, 201, **17**, 321, **21**, 23.
[2]) Der Apparat ist von Hermann & Pfister in Bern zu beziehen.

an dessen einem-Ende sich das Polariscop A, am anderen die in 360° in Drittel-Grade getheilte Kreisscheibe K mit der Fassung für das Nicol'sche Prisma N befindet. Der optische Theil des Instrumentes, das Polariscop, besteht aus dem Analysator a, einer Doppelplatte aus Kalkspath. Hinter demselben befindet sich ein

Fig. 14.



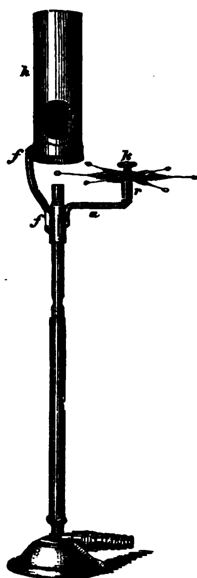
schwach vergrösserndes Fernrohr $b\ c\ d$, welches bei c in der Brennweite des Objectives ein Diaphragma mit Fadenkreuz enthält. Hinter dem Fernrohr folgt eine Doppelplatte, die nach der Theorie des Savart'schen Polariscops gebildet ist. Alle diese Theile sind in dem Rohr G eingeschlossen. Am anderen

Ende ist das Nicol'sche Prisma *f* und eine Linse *g*, letztere um die Lichtstrahlen parallel zu machen. Diese Theile sind in dem Rohr *N*.

Eine Blendscheibe *M* dient dazu, das störende Seitenlicht vom Auge des Beobachters abzuhalten.

Die Kreisscheibe *K* lässt sich von *C* aus mittelst eines Zahngetriebes drehen. Bei *J* ist ein feststehender Nonius angebracht. Zum Ablesen seiner Stellung dient das Fernrohr *P*, dessen Ocular neben dem Ocular *A* des Polariscops steht. Die Beleuchtung der Eintheilung wird durch eine kleine Gasflamme *Q* und einen drehbaren Metallspiegel bewirkt. Zur Aufnahme der Beobachtungsröhren dient ein besonderes Lager zwischen *L* und *K*.

Fig. 15.

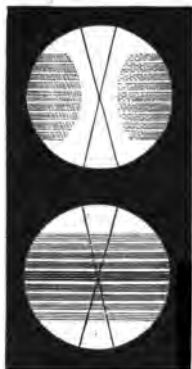


Als Beleuchtungsvorrichtung dient eine Gaslampe, Fig. 15, in deren Flamme man Kochsalzperlen vermittelst der bei *k* drehbar befestigten Platindrähte einführen kann. Die Lampe wird so aufgestellt, dass die runde Oeffnung *c* des Kamins genau vor die Blendöffnung *D* (Fig. 14) zu stehen kommt, so dass das Gesichtsfeld vollkommen gleichmässig beleuchtet ist.

Bevor man nun mit dem Apparate arbeitet, ist es nothwendig, sich von der richtigen Einstellung desselben zu überzeugen. Zu diesem Zwecke dreht man vermittelst der Schraube *C* (Fig. 14) so lange, bis durch das Fernrohr *B* gesehen, der Nullpunkt der Kreistheilung dem Nullpunkt des Nonius gerade gegenüber steht. Zeigt sich nun durch das Polariscop *A* gesehen, ein hellgelbes Gesichtsfeld mit einem Fadenkreuz (Fig. 16 oben, S. 52), so ist das Instrument genau justirt. Erscheinen dagegen Querstreifen, wie in Fig. 16 unten, so

lässt sich vermittelst zweier Correctionsschrauben bei *G* (Fig. 14) eine genaue Einstellung bewirken. Die Streifen sind alsdann fast vollständig verschwunden. Sieht man das Fadenkreuz nicht scharf, so zieht man das Ocular bei *A* mehr oder weniger aus, bis dies der Fall ist. Es werden dann auch die Fransen am deutlichsten zu sehen sein. Zur Prüfung eines Weines wird derselbe entfärbt und mit der erhaltenen farblosen Flüssigkeit eine der Beobachtungsröhren so gefüllt, dass sich in dem Rohr keine Luftblase mehr befindet und aussen an den Glasplatten keine Flüssigkeit haftet. (Für die nachstehende Untersuchung bedient man sich des Beobachtungsrohres von 220 mm Länge.) Das Rohr ist an beiden Enden mit Glasplättchen verschlossen, die mit einer Schraubenhülse aufgeschraubt werden. Ein zu festes Aufschrauben der Plättchen muss verhütet werden, da sonst auch bei Einstellung des Apparates auf den Nullpunkt die Querstreifen in zu grossem Maasse sichtbar sind.

Fig. 16.



Man legt die Beobachtungsröhre in den Apparat und beobachtet, ob bei der richtigen Einstellung des letzteren, d. h. wenn der Nullpunkt der Kreistheilung dem Nullpunkt des Nonius gerade gegenüber steht, sich Querstreifen zeigen oder nicht. Ist ersteres der Fall, so dreht man so lange nach rechts oder nach links, bis die Streifen vollständig verschwunden sind, und liest alsdann den Drehungswinkel vermittelst des Fernrohres *B* ab. Musste man nach links drehen, um das Verschwinden der Streifen zu bewirken, so dreht der Wein links (—), war eine Drehung nach rechts vorzunehmen, so dreht der Wein rechts (+). Zeigten sich keine Querstreifen, so besitzt der Wein eine Drehung $= \pm 0$.

Von anderen Polarisationsapparaten sind noch im Gebrauch der Halbschattenapparat von Laurent,[1]) verbessert von

[1]) Zeitschrift für analyt. Chemie, **17**, 190.

Schmidt und Hänsch in Berlin und das Ventzke-Soleil'sche Polarimeter.

Bei dem ersten Apparat erscheint das Gesichtsfeld in zwei Theile getheilt, die je nach der Einstellung gleichmässig oder ungleichmässig verdunkelt sind. Bei dem letzteren erscheinen die beiden Hälften des Gesichtsfeldes gleichmässig oder ungleichmässig gefärbt. Die Gradeintheilung ist bei den verschiedenen Apparaten nicht die gleiche und hat man zu berücksichtigen, dass: 1° Wild = 2,89005° Ventzke-Soleil, 1° Ventzke-Soleil = 0,346015° Wild ist. Die Grade der Instrumente von Ventzke-Soleil und Schmidt und Hänsch sind gleich.

Man ist dahin übereingekommen, die Polarisation in Graden nach Wild bei Verwendung einer 220 mm langen Röhre anzugeben. Wurde ein anderer Apparat benutzt oder in einer kürzeren Röhre polarisirt, so sind im ersten Falle die gefundenen Grade in Wild'sche Grade umzurechnen, im letzten Falle ist die Länge der Beobachtungsröhre anzugeben.

Ausführung der Prüfung mit Wein.

1. Bei Weissweinen.

60 ccm Wein werden in einem Maasscylinder mit 3 ccm Bleiessig versetzt und der Niederschlag abfiltrirt.

Zu 30 ccm des Filtrates setzt man $1^1/_2$ ccm einer gesättigten Lösung von Natriumcarbonat, filtrirt nochmals und polarisirt das Filtrat. Man erhält hierdurch eine Verdünnung von 10 : 11, die Berücksichtigung finden muss.

2. Bei Rothweinen.

60 ccm Wein werden mit 6 ccm Bleiessig versetzt und zu 30 ccm des Filtrates 3 ccm der gesättigten Natriumcarbonatlösung gegeben, nochmals filtrirt und polarisirt. Die Verdünnung beträgt hierbei 5 : 6.

Die Verhältnisse sind so gewählt, dass das letzte Filtrat ausreicht, um die 220 mm lange Röhre des Wild'schen Polaristrobometers, deren Capacität ca. 28 ccm beträgt, zu füllen.

a. Der Wein zeigt bei der Polarisation keine Drehung.

Es ist dies das Verhalten der meisten reinen vergohrenen Weine.[1])

Die Polarisation kann aber auch beeinflusst sein durch die gleichzeitige Gegenwart der unvergährbaren Stoffe des käuflichen Kartoffelzuckers, welche rechts drehen und von linksdrehendem Zucker; oder durch die Gegenwart von rechtsdrehendem Rohrzucker und linksdrehendem Invertzucker, so dass sich in beiden Fällen die Rechts- und Linksdrehung aufhebt.[2])

α) Man setzt in einem Kölbchen zu 50 ccm Wein 5 ccm verdünnte Salzsäure von 1,1 spec. Gewicht, erhitzt 10 Minuten lang im Wasserbade und polarisirt nach dem Entfärben mit Bleiessig.

Bei Gegenwart von unvergohrenem Rohrzucker dreht der Wein jetzt nach links, da der Rohrzucker durch das Erhitzen mit Säure in linksdrehenden Invertzucker umgewandelt worden ist.

β) Man versetzt 50 ccm des entgeisteten und wieder auf das ursprüngliche Volumen aufgefüllten Weines in einem Kölbchen mit gut ausgewaschener Hefe und erwärmt so lang im Wasserbade auf 30° C., bis die Gährung beendet ist, welches man an dem Aufhören der Kohlen-

---

[1]) Ganz geringe Drehungen werden auch zuweilen in reinen vergohrenen Weinen beobachtet, hervorgerufen durch die Gegenwart von freier Weinsäure oder weinsaurer Salze. Siehe diesen §, b γ.

[2]) Dextrine, welche aber nur in äusserst seltenen Fällen in Weinen aufgefunden werden dürften, können die Drehung ebenfalls etwas beeinflussen. Deren Anwesenheit würde man bei der Prüfung nach § 30 erkennen.

säureentwicklung erkennt. Die Dauer der Gährung richtet sich nach der in dem Weine enthaltenen Menge Zucker; doch ist dieselbe selbst bei sehr zuckerhaltigen Weinen in 2 bis 3 Tagen beendet. Bei Weinen, welche keine Drehung zeigen, tritt entweder gar keine Gährung ein, oder dieselbe hört schon nach einem Tage auf. Alsdann entfärbt man mit Bleiessig und polarisirt.[1])

Dreht der Wein jetzt nach rechts, so ist die gleichzeitige Gegenwart von linksdrehendem Zucker und den unvergährbaren Stoffen des käuflichen Kartoffelzuckers erwiesen.

Wurde bei α) und β) keine Veränderung der Drehung beobachtet, so ist die Abwesenheit von unvergohrenem Rohrzucker, von den unvergährbaren Stoffen des Kartoffelzuckers und von linksdrehendem Zucker sicher festgestellt.

b. Der Wein dreht bei der direkten Polarisation nach rechts.

Diese Rechtsdrehung kann veranlasst sein durch die Gegenwart von unvergohrenem Rohrzucker, durch die unvergährbaren Stoffe des Kartoffelzuckers oder durch beide zugleich.[2])

Man invertirt den Wein nach § 8, α).

α) Der Wein dreht nach dem Invertiren nach links; derselbe enthält dann unvergohrenen Rohrzucker.

β) Der Wein dreht mehr als + 0,8° Wild nach rechts. Die Gegenwart der unvergährbaren Stoffe des käuflichen Kartoffelzuckers ist erwiesen.

γ) Der Wein dreht weniger als + 0,8° Wild und mehr als + 0,3° Wild. (Reine Weine können auch eine Drehung bis + 0,3° Wild zeigen.)

---

[1]) Wenn man durch eine annähernde Zuckerbestimmung nach § 14 festgestellt hat, dass der Wein keine bedeutendere Quantität von unvergohrenem Zucker, der die Fehling'sche Kupferlösung reducirt, enthält, so kann man auch den Gährungsversuch unterlassen.

[2]) Siehe die Anmerkungen auf S. 54.

In letzterem Falle (γ) werden — zur Abscheidung etwa vorhandener (rechtsdrehender) Weinsteinsäure — 210 ccm des ursprünglichen Weines in einer Porzellanschale unter Zusatz von einigen Tropfen einer 20 procentigen Kaliumacetatlösung auf dem Wasserbade zum dünnen Syrup eingedampft. Zu dem Rückstand setzt man unter beständigem Umrühren nach und nach 200 ccm Alkohol (90 %). Die alkoholische Lösung wird, wenn vollständig geklärt, in einen Kolben abgegossen oder filtrirt und der Alkohol bis auf 5 ccm abdestillirt.

Den Rückstand versetzt man mit etwas in Wasser aufgeschwemmter Thierkohle, filtrirt in einen kleinen graduirten Cylinder und wäscht so lange mit Wasser nach, bis das Filtrat 30 ccm beträgt.

Zeigt das Filtrat bei der Polarisation jetzt eine Drehung von mehr als + 0,5° Wild, so enthält der Wein die unvergohrenen Stoffe des käuflichen Kartoffelzuckers.

c. Der Wein dreht bei der direkten Polarisation nach links.

Der Wein enthält alsdann noch unvergohrenen linksdrehenden Zucker, der entweder von dem ursprünglich im Moste enthaltenen Zucker herrühren kann, oder sich durch Inversion aus dem Moste zugesetztem Rohrzucker gebildet hat. Der Wein kann aber auch zu gleicher Zeit die unvergährbaren Bestandtheile des Kartoffelzuckers enthalten und unvergohrenen und noch nicht invertirten Rohrzucker.[1])

1. Man lässt den Wein nach § 8, a, β vergähren und polarisirt nach dem Vergähren.

α) Der Wein dreht jetzt ± 0, er enthält nur linksdrehenden Zucker.

---

[1]) Siehe die Anmerkungen auf S. 54.

β) Der Wein dreht nach rechts. Neben linksdrehendem Zucker sind auch die unvergährbaren Stoffe des käuflichen Kartoffelzuckers zugegen.

2. Man invertirt den Wein nach § 8, a, α. Die Linksdrehung hat nach dem Invertiren zugenommen. Der ursprüngliche Wein enthält ausser linksdrehendem Zucker auch noch unvergohrenen nicht invertirten Rohrzucker.

§ 14.
Bestimmung des Zuckers.

Von den verschiedenen zur Zuckerbestimmung vorhandenen Methoden verdienen bei der Bestimmung des Zuckers im Weine diejenigen den Vorzug, welche auf der Reduction von Kupferoxyd zu Kupferoxydul beruhen.

1. Die Methode von Fehling, modificirt von Soxhlet,[1]) bei welcher der Zucker vermittelst einer mit Seignettesalz versetzten alkalischen Kupferlösung titrimetrisch bestimmt wird.

2. Die Methode von Maerker,[2]) modificirt von Allihn[3]) und Meissl,[4]) bei welcher die durch eine Zuckerlösung beim Kochen mit einer alkalisches Seignettesalz enthaltenden Kupferlösung ausgeschiedene Menge von Kupferoxydul zu metallischem Kupfer reducirt und als solches gewogen wird.

1. Methode von Fehling, modificirt von Soxhlet.

a. *Bereitung der Lösungen.*

α) Kupferlösung.

Chemisch reiner Kupfervitriol des Handels wird einmal umkrystallisirt, indem man die heisse gesättigte Lösung filtrirt und

---

[1]) Chem. Centralblatt, 3. Folge, **9**, 218 und 236 und Zeitschrift für analyt. Chemie, **18**, 348 und **20**, 425.

[2]) Chem. Centralblatt, 3. Folge, **9**, 584.

[3]) Neue Zeitschrift für Rübenzuckerindustrie, **3**, 230 und Zeitschrift für analyt. Chemie, **20**, 434 und **22**, 448.

[4]) Zeitschrift des Vereins für Rübenzuckerindustrie, **1879**, 1034.

bis zum Erkalten umrührt. Die so erhaltenen feinen Krystalle presst man zwischen Fliesspapier, bis letzteres kein Wasser mehr aufnimmt, zerkleinert den Krystallkuchen und lässt das Krystallmehl während 24 Stunden an einem trockenen Orte in dünner Schicht ausgebreitet liegen. Von diesem so vorbereiteten Kupfervitriol wägt man genau 34,639 Gramm auf einer grossen Uhrschale ab, setzt auf einen 1/2 Literkolben einen entsprechend grossen Trichter, bringt die abgewogene Menge zuerst so viel wie möglich trocken in den Trichter und dann mit Hülfe einer Spritzflasche die noch an der Glasschale zurückbleibenden Theilchen.

Nun übergiesst man die Krystalle auf dem Trichter mit Wasser, bis dieselben, theils gelöst, theils als solche in den Kolben gespült sind, wascht den Trichter mit Wasser nach und füllt, wenn der Kupfervitriol sich nach öfterem Umschütteln vollständig gelöst hat, bis zur Marke mit Wasser auf.

β) Alkalische Lösung von weinsaurem Natronkali.

Man löst 173 Gramm krystallisirtes weinsaures Natronkali in einem 1/2 Literkolben in ca. 400 ccm Wasser, fügt 50 Gramm festes Natronhydrat zu, füllt nach dem Erkalten bis zur Marke auf und schüttelt gut durch. Die beiden Lösungen bewahrt man in gesonderten Flaschen gut verschlossen im Dunkeln auf.

b. *Ausführung im Wein.*

Da das Verhalten der Zuckerarten auf alkalische Kupferlösung abhängig ist von der Concentration der aufeinander einwirkenden Lösungen, so ist es nöthig, stets mit Flüssigkeiten von annähernd gleicher Concentration zu arbeiten. Man bereitet daher nach den Angaben von Soxhlet Lösungen, welche nicht mehr als 1 % Zucker enthalten. Zu diesem Zweck ist es nöthig, zuerst annähernd den Zuckergehalt im Wein zu bestimmen.

Man neutralisirt 100 ccm Wein genau mit Normalnatronlauge, entfernt darauf den Alkohol durch Eindampfen auf 1/3

und füllt auf das ursprüngliche Volumen (50 ccm) mit Wasser auf.[1]) Rothweine entfärbt man vor dem Eindampfen vermittelst reiner Thierkohle.

Man pipettirt nun 25 ccm der Kupferlösung α) und 25 ccm der alkalischen Seignettesalzlösung β)[2]) in eine tiefe Porzellanschale, erhitzt zum Sieden und fügt so lange aus einer Bürette von dem Zucker enthaltenden Weine portionenweise zu, bis die Flüssigkeit nach 2 Min. langem Kochen nicht mehr blau erscheint.

Man erfährt so den ungefähren Zuckergehalt des Weines und es lässt sich hernach ohne Schwierigkeit durch entsprechende Verdünnung eine Lösung bereiten, deren Zuckergehalt nicht grösser als 1 % ist.[3])

Die Verdünnung wird nur nothwendig sein, wenn es sich um Zuckerbestimmungen in Süssweinen oder Mosten handelt, da der Zuckergehalt unserer gewöhnlichen Weine 1 % selten übersteigt.

Zum Hauptversuch erhitzt man nun wieder 25 ccm der Kupferlösung und 25 ccm der alkalischen Seignettesalzlösung unter Zusatz von 23—24 ccm der annähernd 1procentig gemachten zuckerhaltigen Weinlösung 2 Minuten lang zum Kochen, lässt einige Secunden absitzen und filtrirt durch ein doppeltes Filter von dichtem Filtrirpapier. Ist das Filtrat grünlich gefärbt, so enthält dasselbe noch Kupfer und kann eine weitere Prüfung hierauf unterlassen werden. Ist das Filtrat dagegen

---

[1]) Das Neutralisiren verhütet, dass etwa in dem Weine vorhandener Rohrzucker durch das Eindampfen invertirt wird.

[2]) Jede der beiden Lösungen wird mit einer besonderen Pipette abgemessen.

[3]) Bei Süssweinen lässt sich aus dem Extractgehalt annähernd auf den Zuckergehalt des Weines schliessen, wenn man 2½—3% von der gefundenen Extractmenge in Abzug bringt und den Rest als Zucker annimmt.

gelb, so säuert man dasselbe nach dem Erkalten mit etwas Essigsäure an und setzt 1—2 Tropfen Ferrocyankaliumlösung zu. Entsteht hierdurch eine mehr oder weniger röthliche Färbung, so ist noch Kupfer vorhanden und genügte die zugesetzte Menge des Zucker enthaltenden Weines nicht, um alles Kupferoxyd in 50 ccm der Fehling'schen Lösung zu reduciren.

Die Prüfung auf den Kupfergehalt des Filtrates lässt sich bei stark gefärbten Flüssigkeiten auch so ausführen, dass man einige Tropfen der zuckerhaltigen Weinlösung zu dem in eine Porzellanschale gebrachten Filtrate giebt, 1 Minute kocht und alsdann 3—4 Minuten stehen lässt. Giesst man jetzt die Flüssigkeit ab und wischt die Schale mit einem Stückchen Filtrirpapier aus, so färbt sich das Papier, bei Anwesenheit von Kupfer, durch anhaftendes Kupferoxydul roth.

Man wiederholt nun den Versuch nochmals und giebt jetzt, wenn in dem Filtrate noch Kupfer nachgewiesen werden konnte, 1—2 ccm mehr, wenn kein Kupfer in dem Filtrate enthalten war, 1 ccm weniger der Zuckerlösung zu.

Mit diesen Versuchen fährt man so lange fort, bis bei zwei Versuchen, bei denen um 0,1 ccm verschiedene Mengen des Zucker enthaltenden Weines angewendet wurden, Filtrate erhalten werden, von denen das eine kupferhaltig, das andere kupferfrei befunden wird. Die zwischen diesen beiden Mengen liegende Quantität der zuckerhaltigen Weinlösung wird als diejenige betrachtet, welche gerade zur Zersetzung von 50 ccm Fehling'scher Lösung nothwendig ist.

Berechnung. Obgleich der in dem Weine unvergohren enthaltene Zucker in den meisten Fällen ein Gemisch von Lävulose und Dextrose (Traubenzucker) ist, so hat man doch seither immer den Zuckergehalt auf Traubenzucker berechnet und soll diese Art der Berechnung auch hier, unter Berücksichtigung

des Reductionsverhältnisses: 50 ccm Fehling'scher Lösung entsprechen 0,2375 Gramm Traubenzucker,[1]) beibehalten werden.

Beispiel:

Von einem Süssweine mussten, um eine annähernd 1 % Zuckerlösung zu erhalten, 8 ccm des vorher neutralisirten und entgeisteten Weines auf 100 ccm mit Wasser verdünnt werden.

Zu 50 ccm Fehling'scher Lösung wurden 24 ccm der Zuckerlösung zugegeben und 2 Minuten gekocht. Das Filtrat enthielt noch Kupfer. Bei einem zweiten Versuche, bei Zusatz von 26 ccm enthielt das Filtrat kein Kupfer mehr. Durch weitere Versuche mit weniger als 26 ccm der Zuckerlösung war bei Anwendung von 25,6 ccm der Endpunkt erreicht.

Da das in 50 ccm der Fehling'schen Lösung enthaltene Kupferoxyd durch 0,2375 Gramm Traubenzucker reducirt wurde, so enthielten die verbrauchten 25,6 ccm der Zuckerlösung 0,2375 Gramm Traubenzucker, 100 ccm der verdünnten Zuckerlösung demnach $25{,}6 : 0{,}2375 = 100 : x$. $x = 0{,}928$ Gramm Traubenzucker. Die 100 ccm waren aber durch Verdünnen von 8 ccm Wein erhalten worden. Die gefundenen 0,928 Gramm Traubenzucker sind demnach in 8 ccm des untersuchten Weines enthalten. In 100 ccm Wein also $8 : 0{,}928 = 100 : x$, — $x = 11{,}6$ Gramm Traubenzucker.

2. Allihn'sche Methode.

a. *Bereitung der Lösungen.*

α) Kupferlösung.

34,6 Gramm krystallisirter Kupfervitriol wird in Wasser zu 500 ccm gelöst.

---

[1]) Nach Soxhlet ergeben sich noch folgende Reductionsverhältnisse:
50 ccm Fehling'scher Lösung entsprechen 0,2470 Invertzucker,
» » » » » 0,2572 Lävulose,
1procentige Zuckerlösungen vorausgesetzt.

β) Alkalische Seignettesalzlösung.

173 Gramm Seignettesalz und 125 Gramm Kalihydrat werden in Wasser zu 500 ccm gelöst.

b. *Ausführung.*

30 ccm der Seignettesalzlösung und 30 ccm der Kupferlösung bringt man in ein Becherglas von ca. 300 ccm Inhalt, erhitzt auf einem Drahtnetz oder auf einer Eisenplatte zum Kochen und lässt zu der siedend heissen Flüssigkeit aus einer Bürette 25 ccm der auf ca. 1 % gestellten zuckerhaltigen Weinlösung (§ 14, 1, b) zufliessen.[1])

Man kocht noch einmal auf und filtrirt das ausgeschiedene Kupferoxydul sofort vermittelst eines Soxhlet'schen Asbestfilterröhrchens (Fig. 17) ab. Letzteres wird aus einem Stück Verbrennungsrohr von 10 cm Länge hergestellt, welches man an einem Ende zur halben Stärke auszieht. In das Röhrchen bringt man zuerst einen kleinen Pfropfen von Glaswolle und darauf eine Schicht von ausgeglühtem langfaserigem Asbest, welche ein Viertel des weiteren Theiles der Röhre ausfüllt. Den Asbest drückt man ziemlich fest und giebt noch einen kleinen Pfropfen von losem Asbest darauf. Das so vorbereitete Filterröhrchen verbindet man einerseits mit einem Chlorcalciumröhrchen, andererseits mit einem Aspirator und leitet unter Erwärmen vermittelst einer Gasflamme einen Strom trockener Luft durch, um alle Feuchtigkeit auszutreiben. Ist dies geschehen, so wird das Röhrchen im Exsiccator erkalten lassen und alsdann gewogen.

Fig. 17.



Auf den weiteren Theil des Röhrchens setzt man nun ver-

---

[1]) Siehe Anmerkung 2 auf Seite 59.

mittelst eines durchbohrten Stopfens ein Trichterchen auf und giesst die über dem ausgeschiedenen Kupferoxydul stehende Flüssigkeit möglichst rasch durch das Trichterchen, doch so, dass das Röhrchen nicht ganz damit gefüllt wird. Um das Filtriren zu beschleunigen, kann man das Röhrchen auch mit einer Saugvorrichtung in Verbindung bringen. Das Kupferoxydul wird mehrere Male durch Decantation mit Wasser ausgewaschen und dann vollständig in das Filterröhrchen gebracht. Man wascht so lange mit Wasser nach, bis das Filtrat nicht mehr alkalisch reagirt und hierauf mit Alkohol und Aether, um das Trocknen zu beschleunigen. Letzteres geschieht in einem Luftbade oder Wassertrockenschrank.

Da man nun metallisches Kupfer und nicht Kupferoxydul zur Wägung bringen will, so befestigt man das Röhrchen in einer Klammer und leitet einen trockenen Wasserstoffstrom durch dasselbe, indem man mit einer kleinen Flamme, welche das Röhrchen nicht zu berühren braucht, es gelinde erhitzt. Ganz besonders muss man darauf achten, dass der Theil des Röhrchens, welcher die Glaswolle enthält, nicht zu stark erwärmt wird, damit nicht das darin enthaltene Bleioxyd reducirt wird. Hat der Niederschlag die Kupferfarbe angenommen und sind keine Wassertröpfchen mehr am kalten Ende des Röhrchens zu beobachten, so lässt man im Wasserstoffstrom erkalten, leitet hierauf noch kurze Zeit einen trockenen Luftstrom durch und wägt alsdann.

Berechnung. Aus nachstehender Tabelle (S. 64) lassen sich die Verhältnisse zwischen Kupfer und Traubenzucker direct ersehen.

Man hat nur nöthig, die gefundene Menge Kupfer (in Milligrammen) aufzusuchen, die daneben stehende Menge Traubenzucker abzulesen und dieselbe auf den ursprünglich angewandten Wein umzurechnen.

Tabelle zur Ermittelung des Traubenzuckers aus den gewichtsanalytisch bestimmten Kupfermengen nach Allihn.

Kupfer mg	Traubenzucker mg	Kupfer mg	Traubenzucker mg	Kupfer mg	Traubenzucker mg	Kupfer mg	Traubenzucker mg	Kupfer mg	Traubenzucker mg	Kupfer mg	Traubenzucker mg	Kupfer mg	Traubenzucker mg
10	6,1	42	21,9	74	37,8	106	54,0	138	70,3	170	86,9	202	103,7
11	6,6	43	22,4	75	38,3	107	54,5	139	70,8	171	87,4	203	104,2
12	7,1	44	22,9	76	38,8	108	55,0	140	71,3	172	87,9	204	104,7
13	7,6	45	23,4	77	39,3	109	55,5	141	71,8	173	88,5	205	105,3
14	8,1	46	23,9	78	39,8	110	56,0	142	72,3	174	89,0	206	105,8
15	8,6	47	24,4	79	40,3	111	56,5	143	72,9	175	89,5	207	106,3
16	9,0	48	24,9	80	40,8	112	57,0	144	73,4	176	90,0	208	106,8
17	9,5	49	25,4	81	41,3	113	57,5	145	73,9	177	90,5	209	107,4
18	10,0	50	25,9	82	41,8	114	58,0	146	74,4	178	91,1	210	107,9
19	10,5	51	26,4	83	42,3	115	58,6	147	74,9	179	91,6	211	108,4
20	11,0	52	26,9	84	42,8	116	59,1	148	75,5	180	92,1	212	109,0
21	11,5	53	27,4	85	43,4	117	59,6	149	76,0	181	92,6	213	109,5
22	12,0	54	27,9	86	43,9	118	60,1	150	76,5	182	93,1	214	110,0
23	12,5	55	28,4	87	44,4	119	60,6	151	77,0	183	93,7	215	110,6
24	13,0	56	28,8	88	44,9	120	61,1	152	77,5	184	94,2	216	111,1
25	13,5	57	29,3	89	45,4	121	61,6	153	78,1	185	94,7	217	111,6
26	14,0	58	29,8	90	45,9	122	62,1	154	78,6	186	95,2	218	112,1
27	14,5	59	30,3	91	46,4	123	62,6	155	79,1	187	95,7	219	112,7
28	15,0	60	30,8	92	46,9	124	63,1	156	79,6	188	96,3	220	113,2
29	15,5	61	31,3	93	47,4	125	63,7	157	80,1	189	96,8	221	113,7
30	16,0	62	31,8	94	47,9	126	64,2	158	80,7	190	97,3	222	114,3
31	16,5	63	32,3	95	48,4	127	64,7	159	81,2	191	97,8	223	114,8
32	17,0	64	32,8	96	48,9	128	65,2	160	81,7	192	98,4	224	115,3
33	17,5	65	33,3	97	49,4	129	65,7	161	82,2	193	98,9	225	115,9
34	18,0	66	33,8	98	49,9	130	66,2	162	82,7	194	99,4	226	116,4
35	18,5	67	34,3	99	50,4	131	66,7	163	83,3	195	100,0	227	116,9
36	18,9	68	34,8	100	50,9	132	67,2	164	83,8	196	100,5	228	117,4
37	19,4	69	35,3	101	51,4	133	67,7	165	84,3	197	101,0	229	118,0
38	19,9	70	35,8	102	51,9	134	68,2	166	84,8	198	101,5	230	118,5
39	20,4	71	36,3	103	52,4	135	68,8	167	85,3	199	102,0	231	119,0
40	20,9	72	36,8	104	52,9	136	69,3	168	85,9	200	102,6	232	119,6
41	21,4	73	37,3	105	53,5	137	69,8	169	86,4	201	103,1	233	120,1

Kupfer mg	Traubenzucker mg	Kupfer mg	Traubenzucker mg	Kupfer mg	Traubenzucker mg	Kupfer mg	Traubenzucker mg	Kupfer mg	Traubenzucker mg	Kupfer mg	Traubenzucker mg	Kupfer mg	Traubenzucker mg
234	120,7	267	138,4	300	156,5	333	174,8	366	193,4	399	212,3	432	231,6
235	121,2	268	138,9	301	157,1	334	175,3	367	194,0	400	212,9	433	232,2
236	121,7	269	139,5	302	157,6	335	175,9	368	194,6	401	213,5	434	232,8
237	122,3	270	140,0	303	158,2	336	176,5	369	195,1	402	214,1	435	233,4
238	122,8	271	140,6	304	158,7	337	177,0	370	195,7	403	214,6	436	233,9
239	123,4	272	141,1	305	159,3	338	177,6	371	196,3	404	215,2	437	234,5
240	123,9	273	141,7	306	159,8	339	178,1	372	196,8	405	215,8	438	235,1
241	124,4	274	142,2	307	160,4	340	178,7	373	197,4	406	216,4	439	235,7
242	125,0	275	142,8	308	160,9	341	179,3	374	198,0	407	217,0	440	236,3
243	125,5	276	143,3	309	161,5	342	179,8	375	198,6	408	217,5	441	236,9
244	126,0	277	143,9	310	162,0	343	180,4	376	199,1	409	218,1	442	237,5
245	126,6	278	144,4	311	162,6	344	180,9	377	199,7	410	218,7	443	238,1
246	127,1	279	145,0	312	163,1	345	181,5	378	200,3	411	219,3	444	238,7
247	127,6	280	145,5	313	163,7	346	182,1	379	200,8	412	219,9	445	239,3
248	128,1	281	146,1	314	164,2	347	182,6	380	201,4	413	220,4	446	239,8
249	128,7	282	146,6	315	164,8	348	183,2	381	202,0	414	221,0	447	240,4
250	129,2	283	147,2	316	165,3	349	183,7	382	202,5	415	221,6	448	241,0
251	129,7	284	147,7	317	165,9	350	184,3	383	203,1	416	222,2	449	241,6
252	130,3	285	148,3	318	166,4	351	184,9	384	203,7	417	222,8	450	242,2
253	130,8	286	148,8	319	167,0	352	185,4	385	204,3	418	223,3	451	242,8
254	131,4	287	149,4	320	167,5	353	186,0	386	204,8	419	223,9	452	243,4
255	131,9	288	149,9	321	168,1	354	186,6	387	205,4	420	224,5	453	244,0
256	132,4	289	150,5	322	168,6	355	187,2	388	206,0	421	225,1	454	244,6
257	133,0	290	151,0	323	169,2	356	187,7	389	206,5	422	225,7	455	245,2
258	133,5	291	151,6	324	169,7	357	188,3	390	207,1	423	226,3	456	245,7
259	134,1	292	152,1	325	170,3	358	188,9	391	207,7	424	226,9	457	246,3
260	134,6	293	152,7	326	170,9	359	189,4	392	208,3	425	227,5	458	246,9
261	135,1	294	153,2	327	171,4	360	190,0	393	208,8	426	228,0	459	247,5
262	135,7	295	153,8	328	172,0	361	190,6	394	209,4	427	228,6	460	248,1
263	136,2	296	154,3	329	172,5	362	191,1	395	210,0	428	229,2	461	248,7
264	136,8	297	154,9	330	173,1	363	191,7	396	210,6	429	229,8	462	249,3
265	137,3	298	155,4	331	173,7	364	192,3	397	211,2	430	230,4	463	249,9
266	137,8	299	156,0	332	174,2	365	192,9	398	211,7	431	231,0		

Beispiel:

Um eine annähernd 1procentige Zuckerlösung zu erhalten, mussten 8 ccm des entgeisteten Weines auf 100 ccm mit Wasser aufgefüllt werden.

25 ccm dieser Lösung ergaben 0,457 Gramm Kupfer = 0,2463 Gramm Traubenzucker, 100 demnach 0,2463 × 4 = 0,9852 Gramm Traubenzucker. Diese sind also in 8 ccm ursprünglichem Wein enthalten, folglich in 100 ccm: 8 : 0,9852 = 100 : *x*. *x* = 12,31 Gramm Traubenzucker.

Bemerkung zu vorstehenden Methoden.

1. Wurde durch die Polarisation nach § 13, a α oder b α constatirt, dass ein Wein unvergohrenen Rohrzucker enthält, so muss man die Zuckerbestimmung zwei Mal vornehmen. Einmal auf gewöhnliche Weise, wie oben angegeben, das andere Mal mit dem durch verdünnte Salzsäure invertirten, neutralisirten und entgeisteten Wein (§ 13), da Rohrzucker die Fehling'sche Lösung nur sehr unbedeutend reducirt. Die invertirte Lösung wird bei Gegenwart von Rohrzucker mehr Zucker ergeben, als die nicht invertirte.

Wenn man die Berechnung in beiden Fällen auf Traubenzucker ausführt, so hat man die Differenz im Zuckergehalt aus der ersten und zweiten Bestimmung mit 0,95 zu multipliciren, um den Gehalt an Rohrzucker zu finden, da 100 Theile Traubenzucker 95 Theilen Rohrzucker entsprechen.

Ueber die Bestimmung der verschiedenen Zuckerarten vermittelst des Polarisationsapparates siehe Landolt, »Das optische Drehungsvermögen organischer Substanzen etc.« Braunschweig, bei Fr. Vieweg und Sohn, 1879.

2. Zur Berechnung auf Invertzucker kann die von Allihn berechnete Tabelle nicht verwandt werden, sondern diejenige, welche Meissl ausgearbeitet hat. (Siehe Fresenius, quantitative Analyse, 6. Aufl., Bd. II, S. 600).

In gewöhnlichen, ausgegohrenen Weinen, welche nur sehr geringe Mengen von Zucker enthalten, kann man nach Nessler und Barth[1]) den Zuckergehalt annähernd auf folgende Weise bestimmen.

Man entfärbt den Wein vermittelst Thierkohle und macht das Filtrat mit kohlensaurem Alkali in Substanz alkalisch.

5 ccm des so behandelten Weines werden mit 2 ccm Fehling'scher Lösung in ein Reagensröhrchen gebracht und im lebhaft kochenden Wasserbade erwärmt, bis die über dem Niederschlag stehende Flüssigkeit vollkommen klar ist; verlor die letztere hierbei völlig ihre blaue Farbe, dann enthält der Wein mehr als 0,2 % Zucker und die Zuckerbestimmung muss nach einer der oben beschriebenen Methoden vorgenommen werden; ist die Flüssigkeit dagegen noch deutlich blau, so setzt man weitere 5 ccm Wein zu; tritt nun Entfärbung ein, so liegt der Zuckergehalt zwischen 0,2 und 0,1 %, bleibt noch ein blauer Farbenton in der Flüssigkeit zurück, dann enthält der Wein weniger als 0,1 % Zucker.

§ 15.

Bestimmung des Glycerins.

a. In gewöhnlichen Weinen.

100 ccm Wein werden auf dem Wasserbade in einer geräumigen nicht flachen Porzellanschale auf etwa 10 ccm eingedampft. Dann setzt man etwa 5 Gramm feinen Quarzsand und Kalkmilch bis zur stark alkalischen Reaction zu, und verdampft bis fast zur Trockne.

Zu dem Rückstand giebt man ca. 50 ccm Alkohol (96 %), erwärmt auf dem Wasserbade, rührt die Masse gut mit einem Glasspatel durch, entfernt mit demselben die Theile, welche sich

---

1) Zeitschrift für analyt. Chemie, **22**, 163.

an die Schalenwandungen festgesetzt haben, zerdrückt auch die etwa zusammengeballten Theile, sodass man einen feinen Brei erhält und filtrirt durch ein Faltenfilter in einen Kolben. Dieses Ausziehen wiederholt man so lange, bis man ca. 150 ccm Alkohol verwandt hat. Den Kolben verbindet man mit einem Kühler, setzt einige Körnchen Quarzsand zu, um einen Siedeverzug und ein Stossen zu verhindern und destillirt den Alkohol auf einem Sandbade mit kleiner Flamme bis auf ca. 10 ccm ab. Hierauf entfernt man den Kolben von dem Kühler, setzt denselben in ein Wasserbad und verdunstet den Rest des Alkohols, bis die zurückbleibende Masse zähflüssig geworden ist.

Nach dem Erkalten setzt man 10 ccm absoluten Alkohol zu, worin sich der Rückstand in den meisten Fällen vollständig löst und hierauf 15 ccm wasserfreien Aether.

Fig. 18.



Durch die Zugabe des Aethers erhält man eine milchige Ausscheidung, die sich nach längerem Stehen fast immer an den Wandungen und dem Boden des Kolbens festsetzt.[1]) Ist die überstehende Flüssigkeit klar geworden, so giesst man dieselbe in ein vorher tarirtes etwa 40 mm hohes und ca. 50 ccm fassendes Glas mit weitem Hals, das mit einem Glasstopfen verschlossen werden kann (Fig. 18) und verdunstet den Aether-Alkohol durch Einsetzen des Glases in ein Wasserbad, bis der Rückstand nicht mehr leicht fliesst. (Zweckmässig verwendet man einen Einsatz in das Wasserbad, in welchen das Glas gestellt werden kann, um ein Hineinfallen desselben zu ver-

---

[1]) Zuweilen habe ich hierbei eine krystallinische Ausscheidung beobachtet, welche bei näherer Prüfung als Mannit erkannt wurde. Mannit ist ein Product der schleimigen Gährung und ein wesentlicher Bestandtheil der Manna, findet sich ferner in der Wurzel von Triticum repens L. und vielen anderen Pflanzen.

hüten.) Sodann folgt ein einstündiges Trocknen im Wassertrockenschrank. Das Glas wird jetzt mit dem Glasstopfen verschlossen und nach dem vollständigen Erkalten gewogen.

Sollte die Ausscheidung nach dem Zusatz von Aether eine flockige bleiben, so filtrirt man durch ein kleines Filter in das Wägeglas und wäscht mit kleinen Mengen eines Gemisches von 1 Theil absolutem Alkohol und $1^1/_2$ Theil Aether 3—4 mal nach.

Das Glycerin, welches zur Wägung kommt, ist nicht vollständig rein, es enthält noch geringe Mengen von Mineralstoffen und sehr geringe Mengen von stickstoffhaltigen Körpern.[1]

J. König[2]) schlägt deshalb vor, die Alkohol-Aetherlösung in einer Platinschale zu verdampfen, das gewogene Glycerin nachher einzuäschern und die Asche in Abzug zu bringen.

Nach den Versuchen von Clausnitzer[3]) und Nessler und Barth[4]) ist das Eindampfen in einer Schale nicht zu empfehlen, da sich zuviel Glycerin hierbei verflüchtigt.

Nach meinen Versuchen ist der Aschengehalt des Glycerins nur sehr gering und da auch immer etwas Glycerin verdunstet, so werden sich die beiden Factoren ausgleichen und kann von einer Veraschung abgesehen werden.

Die von R. Kayser[5]) und Anderen[6]) empfohlene Correctur zum Ausgleich der durch die Flüchtigkeit des Glycerins entstehenden Fehler hat nach meinen Versuchen, sowie denjenigen von Nessler und Barth[7]) keine Berechtigung, wenn man die Bestimmung genau wie angegeben ausführt.

---

[1]) Zeitschrift für analyt. Chemie, **17**, 442.

[2]) Die menschlichen Nahrungs- und Genussmittel, 2. Auflage, Bd. II, S. 531.

[3]) Zeitschrift für analyt. Chemie, **20**, 67.

[4]) Zeitschrift für analyt. Chemie, **23**, 323.

[5]) Repertorium der analyt. Chemie, **4**, 56.

[6]) Vereinbarungen der freien Vereinigung Bayrischer Vertreter der angewandten Chemie.

[7]) l. c.

b. In Süssweinen.

100 ccm Wein werden in einer Porzellanschale mit etwas Quarzsand auf dem Wasserbade zur Trockne verdampft. Die zurückbleibende syrupartige Masse zieht man sodann nach und nach mit einem abgemessenen Volumen absoluten Alkohols (100—150 ccm je nach dem Zuckergehalt) aus und vereinigt die Auszüge in einem geräumigen Glaskolben. Hierzu fügt man auf 1 Theil des angewandten Alkohols $1^1/_2$ Theile Aether, schüttelt gut durch und lässt die Masse so lange ruhig stehen, bis die Flüssigkeit vollkommen klar geworden ist. An dem Boden hat sich der grösste Theil des Zuckers als syrupartige Masse abgesetzt, während in der Alkohol-Aetherlösung das ganze Glycerin vorhanden ist. Man giesst die klare Lösung von dem Bodensatz ab, was sich leicht vollkommen bewerkstelligen lässt, und spült letzteren noch einigemal mit geringen Mengen eines Gemisches von 1 Theil Alkohol und $1^1/_2$ Theil Aether nach. Die vereinigten Lösungen destillirt man sodann ab, bringt den Rückstand mit Hülfe von etwas Wasser in eine Porzellanschale und verfährt damit nach a.

Nessler und Barth[1]) setzen zu 50 ccm Wein in einem geräumigen Kolben etwas Sand und pulverigen gelöschten Kalk und erwärmen unter Umschütteln auf dem Wasserbade. Nach dem Erkalten werden 100 ccm 96% Alkohol zugefügt, der sich bildende Niederschlag absetzen lassen, letzterer von der Flüssigkeit durch Filtration getrennt und mit 90% Alkohol nachgewaschen. Der Alkohol des Filtrates wird verdampft und der Rückstand nach a. behandelt.

§ 16.

Bestimmung der Gesammtmenge der Mineralstoffe.

50 ccm Wein werden in einer vorher tarirten Platinschale auf dem Wasserbade zur Syrupdicke eingedampft, und der Rück-

[1]) Zeitschrift für analyt. Chemie, **22**, 170.

stand über einer kleinen Flamme soweit wie möglich getrocknet und dann verkohlt. Das Erhitzen muss sehr vorsichtig vorgenommen werden, da der Extract sich oft stark aufbläht, auch Theile desselben leicht herausgeschleudert werden. Am zweckmässigsten bewegt man eine kleine Flamme längere Zeit unter der Platinschale, bevor man stärker erhitzt. Man benutzt hierzu den früher, § 4 a. erhaltenen Extract.

Die Kohle wird mit heissem Wasser mehrere Male ausgezogen und die Lösung durch ein aschenfreies Filter oder ein solches, dessen Aschengehalt man genau kennt, in ein Becherglas filtrirt. Die zurückbleibende Kohle + Filter wird in die Platinschale zurückgegeben und darin vollständig verascht. Die filtrirte Lösung giebt man nun in die Platinschale, verdampft dieselbe darin zur Trockene, benetzt mit einer Lösung von Ammoniumcarbonat, um etwa gebildeten Aetzkalk in Calciumcarbonat überzuführen, glüht gelinde und wägt nach dem Erkaltenlassen in einem Exsiccator die Asche.

Berechnung. War kein aschenfreies Filter angewandt worden, so muss bei der Berechnung die Filterasche in Abzug gebracht werden.[1]) Da man 50 ccm Wein veraschte, so hat man die gefundene Asche nur mit 2 zu multipliciren, um den Gehalt an Mineralstoffen in 100 ccm Wein zu erhalten.

Es wird auch empfohlen, die verkohlte Masse nur mit Wasser zu befeuchten, wieder zu trocknen und dann zu glühen.

In Süssweinen, die bedeutende Mengen von Zucker enthalten, kann dieselbe Methode angewandt werden, doch ist es nöthig, den Wein in einer sehr geräumigen Platinschale einzudampfen und zu verkohlen, da die gebildete Kohle sich sehr stark aufbläht.

---

[1]) Das jetzt im Handel befindliche Filtrirpapier für quantitative Bestimmungen hinterlässt beim Veraschen einen so geringen Rückstand, dass derselbe bei kleinen Filtern vollständig vernachlässigt werden kann.

C. Weigelt[1]) bestimmt in Süssweinen zweckmässig den Gehalt an Mineralstoffen nach vorhergegangener Vergährung des Zuckers in 100 ccm des entgeisteten und wieder auf das ursprüngliche Volumen aufgefüllten Weines unter Aussaat minimaler Mengen von Hefe. Das Vergährenlassen geschieht nach § 8, a, α.

Die erhaltene Asche befeuchtet man mit etwas Wasser und prüft die Reaction derselben vermittelst Lackmuspapier.

In den meisten Fällen wird man eine stark alkalische Reaction constatiren können, nur in seltenen Fällen reagirt die Asche neutral. Letzteres ist bei sehr stark gegypsten Weinen oder solchen, die stark geschwefelt wurden, der Fall. Die Bestimmung der einzelnen Mineralstoffe geschieht nach § 19 u. f.

Ulbricht[2]) setzt vor dem Veraschen zu dem Trockenrückstand Schwefelsäure und erhält so statt kohlensaure Salze und Chlormetalle schwefelsaure Verbindungen in der Asche. Die Methode hat nicht viel Verwendung gefunden.

§ 17.
Bestimmung der Schwefelsäure.
a. Durch Wägung.

50 ccm Wein werden in ein Becherglas gebracht, mit verdünnter Salzsäure angesäuert und so lange auf eine heisse Eisenplatte gestellt, bis der Wein anfängt zu kochen.[3]) Zu gleicher Zeit wird in einem Proberöhrchen Chlorbaryumlösung[4]) zum Kochen erhitzt und letztere heiss zu dem Weine gegeben. Den

---

[1]) Oenologischer Jahresbericht, **4**, 124.

[2]) Annalen der Oenologie, **3**, 47.

[3]) Bei schleimigen oder sehr trüben Weinen klärt man dieselben zweckmässig vorher mit spanischer Erde.

[4]) 1 Theil krystallisirtes Chlorbaryum in 10 Theilen destillirtem Wasser gelöst.

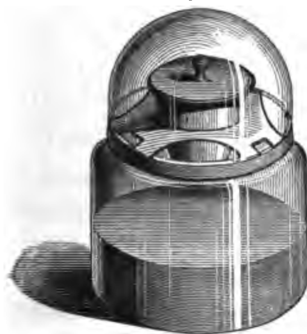
sich abscheidenden Niederschlag von Baryumsulfat lässt man absitzen, prüft, wenn die überstehende Flüssigkeit klar geworden,

Fig. 19.



durch Zugabe von noch einigen Tropfen Chlorbaryumlösung, ob die Schwefelsäure vollständig ausgefällt ist und sich dem zu Folge kein Niederschlag mehr bildet. Entsteht bei dieser Nachprüfung noch eine Trübung, so lässt man dieselbe sich erst absetzen und filtrirt alsdann die klare Lösung durch ein aschenfreies Filter oder ein solches, dessen Aschengehalt bekannt ist (dasselbe muss sehr dicht sein, da das Baryumsulfat leicht durch das Filter geht). Den Niederschlag wäscht man unter jedesmaligem Absitzenlassen und Filtriren mit heissem Wasser aus und bringt die letzten an den Wandungen des Becherglases hängenden Theilchen desselben mit Hülfe eines Glasstabes, über dessen einem Ende ein Stückchen Gummischlauch gezogen ist, auf das Filter.

Fig. 20.



Das Auswaschen muss so lange fortgesetzt werden, bis ein Tropfen des Filtrates in Silberlösung keine Trübung mehr hervorbringt. Das Filter mit Niederschlag wird nun getrocknet, hierauf in einem vorher gewogenen Platintiegel verascht und der Rückstand geglüht. Damit beim Trocknen kein Staub in das Filter gelangen kann, macht man ein Stück Filtrirpapier feucht, legt es auf den oberen Rand des Trichters und entfernt den Theil des Filtrirpapieres,

der über den Rand hinausragt. Das Trocknen geschieht am Besten auf einer heissen Eisenplatte (Fig. 19, S. 73), auf welche man eine nach oben zu sich verjüngende Blechhülse stellt, in welche der Trichter gesetzt werden kann. Nach dem Erkaltenlassen des Tiegels in einem Exsiccator (Fig. 20, S. 73) wird derselbe gewogen.

Das so erhaltene Baryumsulfat muss noch einer weiteren Reinigung unterworfen werden. Man bringt zu diesem Zweck in den Tiegel etwas verdünnte Salzsäure, erwärmt auf dem Wasserbade, filtrirt durch ein kleines Filterchen, wäscht mit heissem Wasser das zurückbleibende Baryumsulfat vollständig aus, bringt nach dem Auswaschen das Filterchen in den Tiegel, trocknet, glüht und wägt.

Berechnung. 100 Theile Baryumsulfat entsprechen 34,33 Theile Schwefelsäure (SO_3) und da man den Gehalt an Schwefelsäure auch auf Kaliumsulfat umrechnet, so hat man zu berücksichtigen, dass 45,95 Gramm Schwefelsäure 100 Gramm Kaliumsulfat entsprechen.

Beispiel:

50 ccm Wein lieferten:

Platintiegel + Baryumsulfat	38,1025
« leer	38,0390
	0,0635

$100 : 34,34 = 0,0635 : x.$ $x = 0,0218.$ Demnach in 100 ccm Wein $2 \times 0,0218 = 0,0436$ Gramm Schwefelsäure oder $45,95 : 100 = 0,0436 : x.$ $x = 0,0948$ Kaliumsulfat.

C. Weigelt[1]) versetzt bei stark gefärbten Weinen 100 ccm Wein mit reiner Kalkmilch bis zur alkalischen Reaction, füllt auf 200 ccm mit Wasser auf, filtrirt 100 ccm durch ein trockenes Filter ab und bestimmt in dieser Lösung nach dem Ansäuern mit Salzsäure die Schwefelsäure vermittelst Chlorbaryum. Das

[1]) Oenologischer Jahresbericht, 3, 133.

Volumen des Kalkniederschlages wird hierbei nicht weiter berücksichtigt.

b. Annähernde Bestimmung durch Titration.

Zur annähernden Bestimmung der Schwefelsäure bringt man nach Mally[1]) in einen Literkolben 14 Gramm trockenes krystallisirtes Chlorbaryum und 50 ccm verdünnte Salzsäure, setzt etwas Wasser zu, wartet, bis sich das Chlorbaryum darin gelöst hat und füllt bis zur Marke mit destillirtem Wasser auf. Mit dieser Lösung füllt man eine Quetschhahnbürette und pipettirt andererseits 10 ccm Wein in ein Bechergläschen. Von der Chlorbaryumlösung lässt man nun 0,5 ccm in den Wein tropfen, kocht letzteren einmal auf, lässt den gebildeten Niederschlag sich absetzen und filtrirt eine kleine Menge der überstehenden Flüssigkeit ab. Erzeugt in derselben ein weiterer Zusatz von Chlorbaryum keine Trübung mehr, so genügten die 0,5 ccm Chlorbaryumlösung, um die in den 10 ccm enthaltene Menge SO_3 vollständig als Baryumsulfat auszufällen. Bildet sich dagegen noch eine Trübung, so genügten die 0,5 ccm der Chlorbaryumlösung nicht, um alle in dem Weine enthaltene Schwefelsäure als Baryumsulfat auszuscheiden. In letzterem Falle setzt man wieder zu je 10 ccm Wein 0,8 ccm 1, 1,5, 2 u. s. w. der Chlorbaryumlösung, bis in dem jeweiligen Filtrate keine Trübung mehr entsteht. Die Chlorbaryumlösung ist nun so gestellt, dass bei Verwendung von 10 ccm Wein 1 ccm derselben einem Gehalte von 1 Gramm Kaliumsulfat im Liter Wein entspricht.

Beispiel:

Zu 10 ccm Wein wurden 1,5 ccm Chlorbaryumlösung gesetzt und das Filtrat trübte sich auf weiteren Zusatz von Chlorbaryumlösung nicht mehr; der Wein enthält somit weniger als 1,5 Gramm Kaliumsulfat im Liter.

§ 18.

Bestimmung des Chlors.

a. Durch Wägung.

Man misst mit einer Pipette genau 50 ccm Wein ab, lässt denselben in ein Becherglas fliessen, setzt Natriumcarbonat im Ueberschuss hinzu und erwärmt, bis die Kohlensäureentwicklung aufhört. Eine auf das Becherglas gelegte Uhrschale verhütet das Verspritzen. Nun bringt man den Inhalt des Becherglases in eine Platinschale, verdampft zur Trockene und glüht schwach. Den Rückstand zieht man mit Wasser aus, filtrirt in ein Becherglas, bringt das Filter in die Platinschale zurück, glüht, nimmt mit salpetersäurehaltigem Wasser auf, filtrirt und vereinigt beide Filtrate. Die schwach saure Lösung erhitzt man im Wasserbade und fügt unter Umrühren eine Lösung von Silbernitrat[1]) so lange zu, als sich noch ein weisser Niederschlag von Chlorsilber bildet. Man lässt erkalten, indem man das Becherglas mit einer schwarzen Papierhülse umgiebt, filtrirt den Niederschlag auf ein Filter mit bekanntem Aschengehalt ab, wäscht so lange mit heissem Wasser nach, bis das Filtrat nicht mehr sauer reagirt und trocknet den Niederschlag mit Filter in dem Trichter auf einer heissen Eisenplatte, wie in Fig. 19 angegeben. Nach dem Trocknen nimmt man das Filter vorsichtig aus dem Trichter, und verascht dasselbe in einem vorher tarirten Porzellantiegel mit Deckel.

Nach dem Erkalten fügt man einen Tropfen Salpetersäure und einen Tropfen Salzsäure zu, um die etwa reducirte geringe Menge von Chlorsilber wieder in Chlorsilber zu verwandeln, erhitzt sehr vorsichtig mit aufgelegtem Deckel, bis die zugefügte Säure verjagt ist, lässt im Exsiccator erkalten und wägt.

Berechnung. 100 Theile Chlorsilber entsprechen 24,73 Theilen Chlor.

---

[1]) 1 Theil Silbernitrat in 20 Theilen Wasser gelöst.

Beispiel:

50 ccm Wein lieferten:

Porzellantiegel + Chlorsilber	23,9450
« leer	23,9400
	0,0050

$100 : 24{,}73 = 0{,}0050 : x. \quad x = 0{,}0012.$

Demnach in 100 ccm Wein $2 \times 0{,}0012 = 0{,}0024$ Gramm Chlor.

C. Weigelt[1]) verfährt auch hier wie Seite 74 angegeben nur säuert er mit Salpetersäure an.

b. Durch Titration.

Nessler und Barth[2]) empfehlen hierzu die Volhard'sche Methode,[3]) welche die Verfasser zur Tüpfelanalyse umgewandelt haben. 100 ccm Wein werden mit reiner Thierkohle entfärbt und 40 bis 50 ccm des Filtrates mit Salpetersäure angesäuert. Hierzu setzt man einen Ueberschuss an titrirter Silberlösung und dann allmählich titrirte Rhodankaliumflüssigkeit, bis ein Tropfen der Flüssigkeit in einem Tropfen dünner Eisenoxydsalzlösung auf einem reinen Porzellanteller hineinfallend, eine deutlich rothe Färbung zeigt. War die Menge hierzu verbrauchter Rhodankaliumlösung gross, so wiederholt man den Versuch ein zweites Mal, indem man den Ueberschuss an Silberlösung möglichst gering nimmt.

Von einer ausführlichen Beschreibung der Methode sehe ich ab, da der Chlorgehalt im Wein gewöhnlich nur sehr gering ist und alsdann die Methode keine so genauen Resultate liefern kann, wie die unter a. beschriebene.

---

[1]) Oenologischer Jahresbericht, **3**, 133.

[2]) Zeitschrift für analyt. Chemie, **21**, 58.

[3]) Zeitschrift für analyt. Chemie, **13**, 171.

§ 19.

Bestimmung der Phosphorsäure.

a. Durch Wägung.

50 ccm Wein oder der Rückstand der Alkoholdestillation (§ 3 a) werden in einer Platinschale auf dem Wasserbade zum Syrup eingedampft und verascht. Eine Verkohlung, Ausziehen der Kohle und nachheriges Veraschen ist hierbei nicht nothwendig. Die Asche löst man soweit wie möglich in heissem Wasser und bringt die Lösung vermittelst eines Glasstäbchens, nachdem man den äusseren Rand der Schale an der Ausgussstelle mit etwas Fett eingerieben hat, in ein Becherglas von 150 ccm Inhalt. Den Rückstand in der Schale löst man in etwas Salpetersäure, giebt die so erhaltene Lösung gleichfalls in das Becherglas und wascht die Schale so lange mit heissem Wasser nach, bis das Waschwasser keine sauere Reaction mehr zeigt. Zu der Lösung setzt man noch einige Tropfen Salpetersäure bis erstere deutlich sauer reagirt und fügt 50 ccm Molybdänlösung[1]) zu. Beim Erwärmen in einem Wasserbad auf ca. 80° C. scheidet sich ein gelber Niederschlag aus, der sich nach und nach absetzt. Man lässt das Becherglas 5 Stunden bei der angegebenen Temperatur, decantirt alsdann die überstehende Flüssigkeit von dem Niederschlage durch ein Filter und wäscht denselben unter jedesmaligem Absitzenlassen mit einer verdünnten Molybdänlösung[2]) 4 bis 5 mal nach. (Die Filtrate bewahrt man auf, um daraus Molybdänsäure zur Darstellung von neuer Molybdänlösung wiederzugewinnen[3]).

---

[1]) Die Molybdänlösung erhält man durch Lösen von 1 Theil Molybdänsäure in 4 Theilen Ammoniak (Spec. Gew. = 0,96) und Hinzufügen von 15 Theilen Salpetersäure (Spec. Gew. = 1,2).

[2]) Die verdünnte Molybdänlösung erhält man durch Vermischen von 1 Theil Salpetersäure, 4 Theilen Wasser und 5 Theilen obiger Molybdänlösung.

[3]) Zur Wiedergewinnung der Molybdänsäure aus den Rückständen werden die gesammelten Lösungen in einer Porzellanschale über freiem

Zu dem Niederschlag in dem Becherglas fügt man nun vorsichtig Ammoniaklösung bis derselbe sich vollständig gelöst hat und filtrirt in ein reines Becherglas durch dasselbe Filter, welches zur Filtration des Molybdänniederschlages diente. Man wäscht mehrere Male mit geringer Menge von Ammoniakflüssigkeit nach und sorgt dafür, dass auch der etwa auf dem Filter befindliche Niederschlag sich vollständig löst. Die erhaltene klare Lösung versetzt man nun unter beständigem Umrühren vorsichtig mit Salzsäure bis der hierdurch entstehende Niederschlag sich eben noch löst. Zu der noch klaren Lösung fügt man nun vermittelst einer Pipette 3 ccm Ammoniakflüssigkeit, dann tropfenweise 3 ccm Magnesiamixtur [1]) zu, indem man mit einem Glasstäbchen beständig, doch ohne die Wandungen des Bechergläschens zu berühren, umrührt. Es bildet sich alsdann ein krystallinischer Niederschlag von Ammoniakmagnesiaphosphat. Nach Zugabe von noch 40 ccm Ammoniaklösung, welche man zweckmässig durch das Filter laufen lässt, bleibt das Bechergläschen, mit einem Uhrglas bedeckt, 24 Stunden stehen.

Nach dieser Zeit filtrirt man den entstandenen Niederschlag durch ein kleines Filterchen ab, wobei man sich zweckmässig eines Glasstäbchens, dessen eines Ende mit einem Stückchen Gummischlauch überzogen ist, bedient und wäscht mit einer verdünnten Ammoniaklösung [2]) den Niederschlag so lange aus, bis

---

Feuer zur Trockene verdampft. Der Rückstand wird mit Ammoniak ausgezogen und die Lösung von dem Unlöslichgebliebenen abfiltrirt. Zu dieser Lösung setzt man tropfenweise Salpetersäure, (ein Ueberschuss ist zu vermeiden), und wird hierdurch die Molybdänsäure abgeschieden. Man lässt absitzen, giesst die überstehende Flüssigkeit ab, bringt den Niederschlag auf ein Filter, wäscht denselben mit verdünnter Salpetersäure aus und trocknet ihn.

[1]) Die Magnesiamixtur erhält man durch Lösen von 68 Gramm Chlormagnesium und 165 Gramm Chlorammonium in 1 Liter Wasser und Zugabe von 260 ccm Ammoniak (Spec. Gew. = 0,96).

[2]) 1 Theil Ammoniak (Spec. Gew. = 0,96) und 3 Theile Wasser.

ein Tropfen des Filtrates in einer mit Salpetersäure angesäuerten Silberlösung keine Trübung mehr hervorbringt. Der Niederschlag wird nun mit Filter und Trichter so lange getrocknet, bis er fast trocken erscheint, dann vorsichtig auf ein Uhrglas gebracht, das Filterchen in einem vorher tarirten Platintiegel verascht, der Niederschlag zugegeben und stark in dem oberen Theil der Bunsen'schen Flamme geglüht.

Nach dem Erkalten setzt man einen Tropfen Salpetersäure zu, verdampft letztere wieder bei kleiner Flamme, glüht dann nochmals stark, lässt den Tiegel im Exsiccator erkalten und wägt.

Berechnung. 100 Theile Magnesiumpyrophosphat entsprechen 63,98 Theile Phosphorsäure.

Beispiel:

50 ccm Wein lieferten:

Platintiegel + Magnesiumpyrophosphat . . .	28,0650
« leer	28,0360
	0,0290

$100 : 63,98 = 0,0290 : x. \quad x = 0,0185.$

Demnach in 100 ccm Wein $2 \times 0,0185 = 0,0370$ Gramm Phosphorsäure (P_2O_5).

A. Stutzer[1]) versetzt 200 ccm Wein mit Salpetersäure und Bromwasser, erhitzt eine halbe Stunde lang im Wasserbade und fällt alsdann die Phosphorsäure mit Molybdänlösung.

b. Durch Titration mit Uranlösung.

F. Musculus und C. Amthor[2]) lösen die Weinasche in verdünnter Salpetersäure, übersättigen mit Natronlauge, so dass ein weisser, flockiger Niederschlag entsteht, fügen dann tropfenweise Essigsäure hinzu, bis sich der Niederschlag fast gänzlich

[1]) Mündliche Mittheilung.

[2]) Zeitschrift für analyt. Chemie, **21**, 193.

gelöst hat und sauere Reaction eingetreten ist, erhitzen auf dem Wasserbade und titriren mit essigsaurer Uranlösung unter Benutzung von Ferrocyankaliumlösung als Indicator.

E. Mylius[1]) setzt dem Wein 25 % Ammoniak und etwas Magnesiamixtur zu, filtrirt nach 6 Stunden, löst den Inhalt des Filters ohne auszuwaschen in Salpetersäure, übersättigt mit Natronlauge, löst den entstandenen Niederschlag in Essigsäure und titrirt mit Uranlösung. Bei Rothwein muss vor der Fällung der Farbstoff mit Salpetersäure zerstört werden.

Die Methoden b. liefern bei dem verhältnissmässig geringen Gehalt an Phosphorsäure im Wein keine ganz zuverlässigen Resultate und soll deshalb hier von einer ausführlichen Beschreibung derselben abgesehen werden.

§ 20.

Bestimmung des Kalkes und der Magnesia.

a. Bestimmung des Kalkes.

50 ccm Wein oder der Rückstand in § 6 wird auf gewöhnliche Weise eingedampft und verascht, die Asche mit Wasser und Salzsäure aufgenommen und die Lösung, wie in § 19 angegeben, in ein Becherglas gebracht. Zu der Lösung setzt man nun Ammoniak bis zur stark alkalischen Reaction und nachher so lange Essigsäure, bis der durch Zugabe des Ammoniaks entstandene Niederschlag sich wieder fast vollständig gelöst hat und die Lösung eine saure Reaction zeigt. Den hierbei verbleibenden Niederschlag von Eisenphosphat und Thonerdephosphat, der in den meisten Fällen sehr gering ist, filtrirt man ab, wäscht denselben aus und versetzt das bis zum Sieden erhitzte Filtrat mit einer Lösung von Ammoniumoxalat,[2]) bis kein Niederschlag

---

[1]) Oenologischer Jahresbericht, 2, 153.

[2]) 1 Theil Ammoniumoxalat in 20 Theilen Wasser gelöst.

von Calciumoxalat mehr entsteht. Nach mehrstündigem Stehen bringt man den Niederschlag auf ein Filter, wäscht denselben mit heissem Wasser aus und trocknet auf einer heissen Eisenplatte nach § 17. Das Filtrat dient zur Bestimmung der Magnesia nach b.

Nach dem Trocknen giebt man das Filter sammt Niederschlag in einen vorher tarirten Platintiegel, glüht stark, lässt den Tiegel in einem Exsiccator erkalten und wägt. Das Calciumoxalat wird durch das Glühen vollständig in Aetzkalk übergeführt.

Berechnung. Da 50 ccm Wein zur Bestimmung verwandt wurden, hat man nur die gewogene Menge Kalk mit 2 zu multipliciren um die Gramme Kalk zu finden, welche in 100 ccm Wein enthalten sind.

Beispiel:

50 ccm Wein lieferten:

Platintiegel + Kalk	= 28,2140
« leer	= 28,2067
	0,0073

Demnach in 100 ccm Wein 2 × 0,0073 = 0,0146 Gramm Kalk (Ca O).

b. Bestimmung der Magnesia.

Das Filtrat des Kalkniederschlages in a. nebst Waschwasser dampft man in dem Becherglas auf einer heissen Eisenplatte bis auf ca. 10 ccm ein, lässt erkalten, setzt ca. 3 ccm Natriumphosphatlösung[1]) unter Umrühren mit einem Glasstabe, doch ohne die Wände des Becherglases zu berühren, sowie noch 4 ccm Ammoniaklösung hinzu und lässt 12 Stunden stehen.

Nach dieser Zeit filtrirt man den Niederschlag ab und verfährt genau so, wie bei der Bestimmung der Phosphorsäure in § 19 a. beschrieben.

---

[1]) 1 Theil Natriumphosphat in 10 Theilen Wasser gelöst.

Berechnung. 100 Theile Magnesiumpyrophosphat entsprechen 36,02 Magnesia.

Beispiel:

50 ccm Wein lieferten:

Platintiegel + Magnesiumpyrophosphat . .	=	25,2282
« leer	=	25,2035
		0,0247

$100 : 36{,}02 = 0{,}0247 : x. \quad x = 0{,}0089.$

Demnach in 100 ccm Wein $2 \times 0{,}0089 = 0{,}0178$ Gramm Magnesia (Mg O).

§ 21.

Bestimmung der Alkalien.

100 ccm Wein werden in einer Platinschale auf dem Wasserbade zur Syrupdicke eingedampft, der Rückstand über einer kleinen Flamme möglichst vollständig getrocknet und alsdann verkohlt. Die Kohle wird mit heissem Wasser ausgezogen, die Lösung in ein Becherglas filtrirt, der Rückstand mit Filter in die Platinschale zurückgegeben und vollständig verascht. Zu der Asche giebt man einige Tropfen Salzsäure und vereinigt die salzsaure Lösung mit dem ersten Filtrat, indem man die Platinschale mehrere Male mit heissem Wasser nachwäscht. Zu den so vereinigten Lösungen, die man in eine Porzellanschale bringt, fügt man einige Tropfen Baryumchloridlösung, um die Schwefelsäure abzuscheiden, sowie einige Tropfen Eisenchloridlösung[1]) und verdampft auf dem Wasserbade zur Trockene um die überschüssige Salzsäure zu entfernen. Alsdann versetzt man den Rückstand mit etwas Wasser und einigen Tropfen Kalkmilch bis zur alkalischen Reaction, worauf alsdann die Masse eine röthlichbraune Farbe annehmen muss. Ist dies nicht der Fall, so war der Zusatz von Eisenchlorid nicht genügend und müssen noch einige Tropfen

[1]) 1 Theil Eisenchlorid in 20 Theilen Wasser gelöst.

Eisenchlorid zugegeben werden. Man filtrirt in ein Becherglas und wäscht den auf dem Filter verbleibenden Niederschlag so lange mit heissem Wasser nach, bis ein Tropfen des Filtrates in mit Salpetersäure angesäuerter Silberlösung keine Trübung mehr erzeugt.

Das Filtrat wird bis zum Sieden erhitzt, indem man das Becherglas auf eine heisse Eisenplatte stellt, mit etwas Ammoniak versetzt und so lange tropfenweise Ammoniumcarbonatlösung zufügt, bis kein Niederschlag mehr entsteht. Nach einstündigem Stehen wird der Niederschlag abfiltrirt und so lange mit destillirtem Wasser, dem man etwas Ammoniak zugesetzt hat, ausgewaschen, bis das mit Salpetersäure angesäuerte Filtrat, mit Silberlösung geprüft, keine Chlorreaction mehr zeigt.

Nun verdampft man das Filtrat in einer Platinschale auf dem Wasserbade, trocknet und erhitzt, bis die Ammonsalze vollständig verjagt sind. Um einen Verlust zu verhüten, bedeckt man anfangs die Schale mit einem grossen Uhrglas oder einem Platindeckel und bewegt eine kleine Flamme unter der Schale hin und her. Den etwas schwärzlichen Rückstand löst man in Wasser, setzt wieder einige Tropfen Ammon und Ammoniumcarbonatlösung zu, filtrirt, wäscht mit Sorgfalt aus und verdunstet das Filtrat jetzt in einer vorher gewogenen Platinschale, trocknet, verjagt die geringe Menge Ammonsalze, erhitzt bis die zurückbleibenden Chlormetalle eben anfangen zu schmelzen, lässt im Exsiccator erkalten und wägt.

Die Chlormetalle nimmt man mit Wasser auf, in welchem sich dieselben klar lösen müssen, bringt die Lösung in eine kleine Porzellanschale, setzt Platinchloridlösung[1]) in starkem Ueberschuss

---

[1]) Zur Darstellung der reinen Platinchloridlösung löst man Platin in Königswasser (1 Theil reiner Salpetersäure und 5 Theilen reiner Salzsäure), verdampft zum grössten Theile die Salpetersäure auf dem Wasserbade, versetzt mit Natronlauge bis zur stark alkalischen Reaction und kocht längere Zeit. Die alkalische Reaction verschwindet mehr

zu, (die Lösung muss dunkelgelb erscheinen) und verdampft auf einem nicht ganz bis zum Sieden erhitzten Wasserbade fast zur Trockene. Den Rückstand übergiesst man mit 90 procentigem Weingeist und lässt unter häufigem Umrühren einige Stunden stehen, der Alkohol nimmt nur das Natriumplatinchlorid auf. Die überstehende Flüssigkeit muss eine tiefgelbe Farbe besitzen. Das zurückbleibende Kaliumplatinchlorid filtrirt man auf ein kleines Filter und wäscht dasselbe so lange mit Alkohol, den man zweckmässig in eine kleine Spritzflasche giebt, aus, bis das Filtrat nicht mehr gelb gefärbt ist. Nun trocknet man das Filter um den Alkohol zu entfernen und löst das Kaliumplatinchlorid in heissem Wasser auf dem Filter mit untergestellter gewogener Platinschale. Die Lösung verdampft man

Fig. 21.



---

und mehr unter Bildung von unterchlorigsaurem Natron. Durch Zusatz von etwas Alkohol wird dieses zerstört und die braune wolkig getrübte Flüssigkeit mit Salzsäure angesäuert. Es bleibt alsdann ein olivengrünes Pulver, Iridiumbichlorid, ungelöst, welches man abfiltrirt. Aus dem Filtrate wird durch Zusatz einer heissgesättigten Lösung von Ammoniumchlorid das Platin als rein gelber Platinsalmiak erhalten. Derselbe wird abfiltrirt in einen Porzellantiegel gebracht und stark geglüht. Man erhält alsdann metallisches Platin als hellgrauen lockeren Platinschwamm. Dieser wird mit verdünnter Salzsäure ausgekocht, durch Behandeln mit heissem Wasser ausgewaschen, dann in Königswasser gelöst. Die Lösung wird unter öfterem Zusatz von rauchender Salzsäure abgedampft und der verbleibende Rückstand in 10 Theilen Wasser gelöst.

auf dem Wasserbade zur Trockene und trocknet den Rückstand in einem Luftbad (Fig. 21)[1]) bei 130° C. bis zu constantem Gewicht.[2])

Berechnung. Durch die Analyse hat man direct gefunden a. die Summe der Chloralkalien b. Kali als Kaliumplatinchlorid.

Aus dem gefundenen Kaliumplatinchlorid berechnet man die entsprechende Menge Chlorkalium (100 Theile Kaliumplatinchlorid entsprechen 30,56 Theilen Chlorkalium) und zieht man dieses von der Gesammtmenge der Chloralkalien ab, so ergiebt sich aus der Differenz die Quantität Chlornatrium.

Um auf Kali und Natron zu berechnen, hat man zu berücksichtigen, dass 100 Theile Chlorkalium, 63,19 Theile Kali und 100 Theile Chlornatrium 53,07 Theile Natron entsprechen.

Beispiel:

100 ccm Wein ergaben:

Platinschale + Chloralkalien	= 19,9280
« leer	= 19,7820
Chloralkalien	0,1460
Platinschale + Kaliumplatinchlorid	= 20,1882
« leer	= 19,7816
Kaliumplatinchlorid	0,4066

1) Das Luftbad (Fig. 21) ist ein aus Kupferblech angefertigter Kasten. Auf das Drahtgestell *e* stellt man die Platinschale und erhitzt den Apparat von unten mit einer kleinen Flamme. Durch das in *c* mittelst eines Korkes befestigte Thermometer *d* bestimmt man die Temperatur, die sich leicht constant erhalten lässt.

2) Die alkoholische Waschflüssigkeit sowie die Niederschläge von Kaliumplatinchlorid werden gesammelt und wieder auf Platinchlorid verarbeitet. Zu diesem Zweck werden die Rückstände in einer Porzellanschale auf dem Wasserbade unter Zusatz von etwas Natronlauge erwärmt. Es tritt schnell Reduction ein und setzt sich das Platin als Platinmohr auf dem Boden ab. Die überstehende Flüssigkeit darf nur noch schwach gelb gefärbt sein. Das Platin wird abfiltrirt, mit Wasser

Daraus berechnet sich:

100 : 30,56 = 0,4066 : x. x = 0,1242 Chlorkalium

Chloralkalien	0,1460
Chlorkalium	0,1242
	0,0218 Chlornatrium

und

100 : 63,19 = 0,1242 : x. x = 0,0785 Gramm Kali,

und

100 : 53,07 = 0,0218 : x. x = 0,0116 Gramm Natron in 100 ccm Wein.

Nach R. Kayser[1]) bestimmt man den Kaligehalt, indem man 0,7 Gramm krystallisirte Soda und 2,0 Gramm Weinsäure in ca. 100 ccm Wein löst, 150 ccm Alkohol von 92—94 Volumprocent zufügt und 24 Stunden lang stehen lässt.[2]) Den abgeschiedenen Weinstein sammelt man auf einem kleinen Filter, wäscht mit so viel 50procentigem Weingeist aus, dass das Filtrat 260 ccm beträgt, bringt dann den Weinstein sammt Filter in das Becherglas zurück, in welchem die Fällung stattgefunden hatte, löst in heissem Wasser, bringt die Lösung auf 200 ccm und titrirt 50 ccm mit $^1/_{10}$ Normalnatron. Nach den Versuchen Kaysers bleibt bei der Fällung des Weinsteins eine 0,004 Gramm Kali entsprechende Menge desselben gelöst, welche bei der Berechnung als Correctur zu berücksichtigen ist.

---

ausgewaschen, getrocknet und geglüht. Der Rückstand wird mit Salzsäure ausgekocht, hierauf mit Wasser ausgewaschen, getrocknet und in Königswasser gelöst, die Lösung bis fast zur Trockene verdampft und mit 10 Theilen Wasser verdünnt.

[1]) Repert. der analyt. Chemie 1, 258.

[2]) Rothwein oder stark gefärbter Weisswein wird zuvor durch Kohle entfärbt.

§ 22.

Bestimmung der Thonerde.

250 ccm Wein werden nach und nach in einer Platinschale eingedampft und der Rückstand auf gewöhnliche Weise verascht. Zu der Asche bringt man 4 Theile Natron-Kalicarbonat und erhitzt die Masse mit aufgelegtem Platindeckel bis dieselbe ruhig fliesst. Alsdann lässt man erkalten, löst den Schmelzrückstand in heissem Wasser, bringt die nicht filtrirte Flüssigkeit in ein geräumiges Becherglas, erwärmt auf einer Eisenplatte und setzt verdünnte Salzsäure zu, indem man das Becherglas mit einem grossen Uhrglas bedeckt hält, um Verspritzen durch die starke Kohlensäureentwickelung zu verhindern. Hat letztere aufgehört und reagirt die Lösung sauer, so bringt man dieselbe in eine Porzellanschale und dampft auf dem Wasserbade zur Trockene behufs Abscheidung der Kieselsäure. Man wiederholt das Eindampfen unter erneuertem kleinen Zusatz von Salzsäure ein zweites Mal. Den Rückstand in der Schale löst man in heissem Wasser, giebt eine geringe Menge Salzsäure zu, filtrirt in ein Becherglas und wäscht das Filter, bis das Filtrat keine sauere Reaction mehr zeigt, mit heissem Wasser aus. Zu dem Filtrate setzt man nach dem Erkalten Ammon, so lange noch ein Niederschlag entsteht, und dann Essigsäure bis wieder zur sauren Reaction. Der jetzt noch verbleibende Niederschlag ist Eisen- und Thonerdephosphat. Der Niederschlag wird abfiltrirt und mit kaltem Wasser gut ausgewaschen. Nun löst man denselben auf dem Filter bei untergestellter Platinschale in Salzsäure, wäscht das Filter nach und verdampft die Lösung auf dem Wasserbade bis auf einen kleinen Rest. Zu diesem fügt man etwas reine von Thonerde freie Kalilauge und kocht einige Zeit vorsichtig. Den Niederschlag von Eisenphosphat, welcher zurückbleibt, filtrirt man ab, wäscht gut aus und bestimmt darin das Eisen nach § 23.

Zu dem Filtrate setzt man Salzsäure bis zur sauren Reaction, einige Tropfen Natronphosphatlösung und so lange Ammon, als sich noch ein Niederschlag von Thonerdephosphat bildet. Letztere filtrirt man auf ein Filterchen mit bekanntem Aschengehalt ab, wäscht denselben mit kaltem Wasser nach, trocknet, glüht und wägt.

Berechnung. 100 Theilen Thonerdephosphat entsprechen 41,94 Theile Thonerde.

§ 23.

Bestimmung des Eisens.

Man verfährt genau, wie in § 22 angegeben, bis zur Erlangung des Niederschlages von Eisenphosphat. Denselben löst man bei untergestelltem Becherglas auf dem Filter mit Salzsäure, wäscht das Filter gut aus und versetzt das Filtrat mit einigen Tropfen einer concentrirten Lösung von Weinsteinsäure, fügt Ammon hinzu bis zur alkalischen Reaction und hierauf Schwefelammonium, bis sich kein Niederschlag von Schwefeleisen mehr bildet. Den Niederschlag filtrirt man ab und wäscht ihn mit kaltem, destillirtem Wasser, dem man etwas Schwefelammonium zugegeben hat, aus. Nach dem Auswaschen wird der Niederschlag auf dem Filter in Salzsäure gelöst, zum Filtrate einige Tropfen Salpetersäure zugesetzt und kurze Zeit erhitzt. Sollte hierbei noch etwas Schwefel in der Flüssigkeit suspendirt bleiben, so filtrirt man denselben ab. Zu dem Filtrate fügt man Ammon bis zur alkalischen Reaction, filtrirt den sich ausscheidenden Niederschlag von Eisenoxydhydrat ab, wäscht denselben gut aus, glüht in einem Platintiegel mit Deckel und wägt.

Berechnung. Man erhält direct Eisenoxyd. Will man auf Eisen berechnen, so ist zu berücksichtigen, dass 100 Theile Eisenoxyd 70 Theilen Eisen entsprechen.

Bei einem grösseren Eisengehalte, z. B. in Medizinal-Eisen-Weinen, kann man den Wein auch direct mit Ammon neutralisiren, das Eisen mit Schwefelammon fällen und weiter wie eben angegeben verfahren.

§ 24.

Bestimmung des Stickstoffs.

Eine abgemessene Menge Wein wird im Hofmeister'schen Schälchen erst auf dem Wasserbade eingedampft, hierauf bei 100° C. so lange getrocknet, bis sich der Extract mit dem Schälchen zerreiben lässt und die Stickstoffbestimmung mit Natronkalk nach der von Péligot modificirten Varrentrapp-Will'schen Methode ausgeführt.

Siehe R. Fresenius, quantitative Analyse, 6. Aufl. Bd. I, § 187, S. 70.

§ 25.

Prüfung auf Schwermetalle und Arsen.

Man dampft eine grössere Quantität Wein auf dem Wasserbade auf 1/2 ein; zerstört die organischen Stoffe durch Kaliumchlorat und Salzsäure und verfährt genau nach den Angaben der Lehrbücher für analytische Chemie. Siehe R. Fresenius, qualitative Analyse, 14. Aufl., § 222, S. 376.

§ 26.

Prüfung auf Schwefelwasserstoff.

Zu dem Destillate von 50 ccm Wein setzt man zwei Tropfen einer alkalischen Bleilösung[1]). Entsteht hierdurch eine braune

---

1) Man versetzt eine Auflösung von 1 Theil käuflichem, reinem Bleiacetat in 10 Theilen destillirtem Wasser mit soviel Natronlauge, bis der anfangs entstandene Niederschlag wieder vollständig in Lösung gegangen ist. Die Lösung wird in gut verschlossenen Gefässen aufbewahrt.

Färbung oder ein dunkelbrauner Niederschlag, so ist Schwefelwasserstoff in dem Weine. Diese Prüfung ist immer vor derjenigen auf schweflige Säure vorzunehmen, da die Reactionen auf letztere durch die Gegenwart von Schwefelwasserstoff beeinflusst werden.

E. Fischer[1]) hat folgende sehr empfindliche Prüfungsmethode auf Schwefelwasserstoff empfohlen, die auch bei der Untersuchung des Weines Verwendung finden kann. Das Weindestillat versetzt man mit ungefähr $^1/_{50}$ Volumen rauchender Salzsäure, fügt einige Körnchen von schwefelsaurem p- Amidodimethylanilin[2]) und so bald letztere gelöst sind, noch 1—2 Tropfen einer verdünnten Eisenchloridlösung zu. Bei Gegenwart von Schwefelwasserstoff färbt sich die Flüssigkeit durch die Bildung von Methylenblau nach einiger Zeit rein blau.

§ 27.

Nachweis von schwefliger Säure und quantitative Bestimmung derselben.

Das Destillat von 50 ccm Wein (§ 3a), welches keinen Schwefelwasserstoff enthalten darf (§ 26), bringt man in einen mit Glasstopfen verschliessbaren Mischcylinder, setzt einige Krystalle von Jodsäure zu, ferner 2 ccm Chloroform und schüttelt gut durch. Enthält das Destillat schweflige Säure, so ist das in der Ruhe sich wieder abscheidende Chloroform violett gefärbt.

Zur quantitativen Bestimmung bedient man sich zweckmässig der von B. Haas[3]) empfohlenen Methode.

---

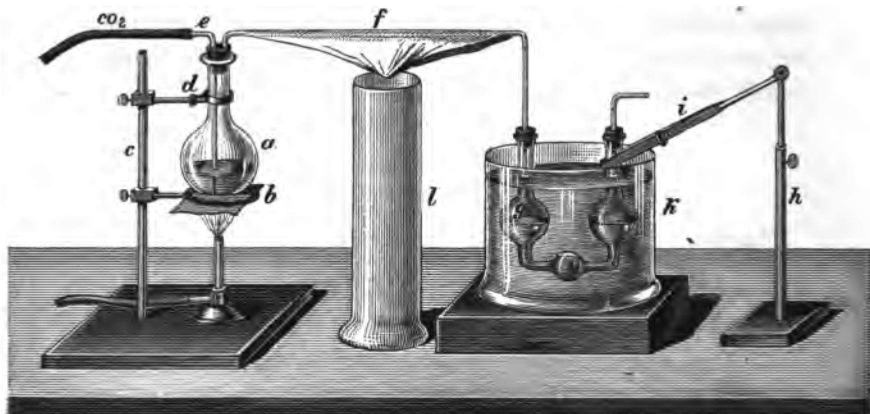
[1]) Berichte der deutschen chem. Gesellschaft zu Berlin, **16**, 2234.

[2]) Das Präparat ist käuflich zu haben.

[3]) Berichte der deutschen chem. Gesellschaft zu Berlin, **15**, 155.

Das Prinzip derselben besteht darin, dass die schweflige Säure im Kohlensäurestrom destillirt und in überschüssige Jodlösung geleitet wird, und dass dann die in der Jodlösung gebildete Schwefelsäure mittelst Chlorbaryums gefällt und bestimmt wird. Der Apparat, der zur Bestimmung dient, besteht aus einem etwa 400 ccm fassenden Kolben *a*, in dessen Mündung ein Kautschukstöpsel mit doppelter Bohrung befestigt ist. Der Kolben steht auf einem mit einem Drahtnetz bedeckten Ring *b* eines eisernen Stativs *c* und der Hals desselben wird von einer an demselben Stativ befestigten Klammer *d* gehalten. In die eine

Fig. 22.



Oeffnung des Stöpsels wird ein knieförmig gebogenes Glasrohr *e* eingefügt, dessen längerer Theil bis an den Boden des Kolbens reicht, und dessen kürzerer Theil mittels eines Kautschukschlauches mit einem Kohlensäureentwickelungsapparat verbunden wird. In die zweite Bohrung wird ein zweimal rechtwinklig gebogenes Glasrohr *f*, dessen mittlerer, ein wenig nach abwärts geneigter, grösster Theil etwa 25 cm lang und dessen beide Schenkel ungleich sind, mit dem kürzeren Schenkel befestigt, der längere wird mittelst eines einfach durchbohrten Kautschukstopfens in

eine Peligot'sche Röhre eingefügt, welche zwei grosse, je ca. 100 ccm fassende Kugeln besitzt, von einer in einem Stativ *h* befindlichen Klammer *i* gehalten wird, und in ein grösseres mit kaltem Wasser gefülltes Gefäss *k* eintaucht.

Zur Ausführung der Bestimmung lässt man zuerst durch den Apparat Kohlensäure strömen, bis die Luft aus demselben verdrängt ist, und füllt dann in die Peligot'sche Röhre 30—50 ccm Jodlösung [1]), je nach der Menge der vorhandenen schwefligen Säure. Hierauf lüftet man den Stöpsel des Kolbens, ohne das Einströmen der Kohlensäure zu unterbrechen, füllt eine 100 ccm Pipette mit dem zu untersuchenden Wein, der vorher auf die Abwesenheit von Schwefelwasserstoff nach § 26 geprüft sein muss, bis zur Marke, bringt sie, während man mit der Hand den Stöpsel, so weit als eben nöthig, hebt, bis nahe an den Boden des Kolbens, lässt den Wein einfliessen und schliesst dann den Kolben wieder. [2]) Nach einiger Zeit wird der Wein vorsichtig erhitzt, während man mit dem Durchleiten der Kohlensäure in mässig starkem Strome fortfährt, bis etwa die Hälfte des Weines überdestillirt ist. Zweckmässig umwickelt man das von dem Kolben zu der Peligot'schen Röhre führende Glasrohr mit Filtrirpapier, welches man mit einer Spritzflasche häufiger anfeuchtet. Das Wasser tropft in einen daruntergestellten Cylinder *l*.

Man lüftet nun den Kork des Kolbens und den der Peligot'schen Röhre und entfernt die Verbindungsröhre. Die Jodlösung, die noch braun gefärbt sein muss, bringt man aus der Peligot'schen Röhre in ein Becherglas, spült erstere mit Wasser mehrere Male aus, versetzt die Lösung mit ein wenig Salzsäure, erhitzt einige Zeit und fällt endlich die gebildete Schwefelsäure mit Chlorbaryum. Den Niederschlag behandelt man genau nach § 17a.

---

[1]) 5 Gramm reines sublimirtes Jod und 7,5 Gramm Jodkalium werden in Wasser zu einem Liter gelöst.

[2]) Zweckmässig giebt man etwas Phosphorsäure hinzu.

Berechnung. 100 Theilen Baryumsulfat entsprechen 27,468 Theile schwefliger Säure.

Leo Liebermann[1]) destillirt den fraglichen Wein so lange bis aller Alkohol übergegangen ist, verdünnt das Destillat mit Wasser und versetzt mit Salzsäure und Baryumchlorid, um zu sehen, ob keine Schwefelsäure mit übergespritzt ist. Bleibt die Flüssigkeit klar, so wird dieselbe mit etwas concentrirter Salpetersäure im verkorkten Kölbchen erwärmt. Eine bei Spuren erst nach längerem Stehen eintretende Trübung zeigt schweflige Säuren an. Ein bedeutender Niederschlag wird wie oben weiter behandelt.

Bemerkung zu diesen Methoden. Ich gebe der Methode von Haas den Vorzug, da die schweflige Säure beim Destilliren nicht aus dem Apparate entweichen kann. Auch hat Haas nachgewiesen, dass man durch einfache Destillation ohne Anwendung eines Kohlensäurestromes zu niedrige Resultate erhält.

§ 28.

Nachweis von Salicylsäure und colorimetrische Bestimmung derselben.

Die Methoden gründen sich alle darauf, dass verdünnte Eisenchloridlösungen in Salicylsäurelösungen rothviolette Färbungen erzeugen.

a. Methode von L. Weigert.[2])

50 ccm Wein werden mit 5 ccm Amylalkohol in einem Kölbchen einige Minuten geschüttelt; der sich beim Stehenlassen an der Oberfläche ansammelnde Amylalkohol wird in ein Reagenzglas gebracht und mit der gleichen Menge Alkohol versetzt, in welchem sich der Amylalkohol auflöst. Zu dieser Lösung setzt

---

[1]) Berichte der deutschen chem. Gesellschaft zu Berlin, **15**, 439.
[2]) Zeitschrift für analyt. Chemie, **19**, 45.

man einige Tropfen einer sehr verdünnten Eisenchloridlösung (die Lösung darf kaum noch gelb gefärbt sein), welche bei Gegenwart von Salicylsäure eine dunkelviolette Färbung hervorruft. Die Gerbsäure der Weine, welche mit Eisensalze schwarze Verbindungen bildet, alterirt die Reaction nicht, da nur eine Spur derselben von Amylalkohol aufgenommen wird.

b. Methode von R. Portele.[1])

100 bis 200 ccm Wein werden mit Leimlösung behandelt, um die Gerbsäure auszufällen. Dann wird die ganze Flüssigkeit sammt dem theilweise darin suspendirten Niederschlag im Wasserbade vorsichtig bis fast zur Trockene eingedampft und der Verdampfungsrückstand mit Aether ausgezogen. Dieser in allen Fällen, bei Roth- und Weissweinen, farblos erscheinende Aetherauszug wird in einem Schälchen abdunsten lassen und der zurückbleibende, schwach gelblich gefärbte Rückstand mit einigen Tropfen Wasser aufgenommen. In dieser Wasserlösung wird nun im Schälchen selbst mittelst einer entsprechend verdünnten Eisenchloridlösung die Salicylsäurereaction hervorgebracht.

c. Methode von H. Pellet und J. de Gerbert[2]) zur colorimetrischen Bestimmung der Salicylsäure.

Acht Probirgläser von ungefähr 20 cm Höhe und 1,5 bis 1,8 cm Lichtweite werden in einem Gestell neben einander aufgestellt und der Reihe nach mit 1,0 — 0,75 — 0,5 — 0,4 — 0,3 — 0,2 — 0,1 und 0,05 ccm einer einprocentigen Salicylsäurelösung beschickt und je auf 10 ccm aufgefüllt. Von einer verdünnten Eisenchloridlösung (Spec. Gew. 1,005—1,010) setzt man in das erste Gläschen 3, in das zweite 2 und in alle übrigen mit Aus-

---

[1]) Weinlaube, **11**, 389.

[2]) Compt. rend. **93**, 278 und Oenologischer Jahresbericht, **4**, 129.

nahme von No. 8, 1 Tropfen. Nr. 8 erhält nur einen halben Tropfen. Auf diese Weise erhält man die colorimetrische Scala.

Zur Prüfung des Weins werden 100 ccm Wein drei Mal mit je 100 ccm Aether und 5 Tropfen Schwefelsäure von 30° Bé. geschüttelt, decantirt und darauf der Aether rasch abdestillirt. Der Rückstand wird in eine Schale gegeben, mit 1,5 ccm Natronlösung versetzt, von welcher 10 ccm 0,4 Gramm enthalten, um die vorhandene Salicylsäure in das Natriumsalz umzuwandeln und durch Erwärmen die etwa vorhandene Essigsäure entfernt. Zu dem Rückstand giebt man 20 ccm Benzin und 5 Tropfen Schwefelsäure und filtrirt. Hierauf werden 10 ccm der Benzinlösung mit 10 ccm Wasser und 1—2 Tropfen Eisenchoridlösung in einem gleichen Probiergläschen, wie oben angegeben, geschüttelt und die entstandene Färbung mit der Farbenscala verglichen.

d. Methode von A. Remont.[1])

200 ccm Wein werden bei 80° auf $^1/_3$ des Volumens concentrirt, um den Alkohol zu verjagen. Die abgekühlte Flüssigkeit schüttelt man mit Aether, trennt den Aether von der wässerigen Lösung und destillirt denselben ab. Der hierbei erhaltene Rückstand wird in ein tarirtes Glasfläschchen mit weitem Hals gebracht, darin zur Syrupconsistenz eingedampft und gewogen. Hierauf behandelt man den Rückstand mit Chloroform. Die Chloroformlösung setzt, wenn Salicylsäure vorhanden ist, bei freiwilliger Verdunstung Krystalle ab. Nach völliger Verdunstung des Chloroforms wird der Rückstand mit Wasser ausgewaschen, bis das Waschwasser keine saure Reaction mehr zeigt und die wässerige Lösung auf 100 ccm verdünnt. Die Lösung prüft man mit einer verdünnten Lösung von Eisenchlorid und vergleicht die Färbung mit einer anderen, die durch eine Lösung von

---

[1]) Journ. Pharm. Chim. **4**, 34 und Biedermann's Centralblatt für Agricult. Chem. **11**, 501.

0,20 Gramm Salicylsäure in 1 Liter Wasser hervorgebracht wird. Von jeder dieser Lösungen bringt man zu diesem Zweck 5 ccm in zwei graduirte Röhren von gleichem Durchmesser und setzt zu beiden gleich viel Tropfen Eisenchloridlösung. Zeigen beide Lösungen ungleiche Färbungen, so setzt man zu der dunkel gefärbten so viel Wasser, bis der Farbenton in beiden gleich ist. Hieraus berechnet man die Menge der in der zu untersuchenden Flüssigkeit enthaltenen Salicylsäure.

Beispiel:

Müsste man die 5 ccm zur Erzielung der gleichen Färbung auf 7,5 ccm verdünnen, so erhielte man $5 : 0{,}2 = 7{,}5 : x = 0{,}3$ Gramm per Liter. Diese Zahl wäre zu halbiren, da man nur auf 100 ccm aufgefüllt hat, während 200 ccm Wein in Arbeit genommen wurden.

§ 29.

Prüfung auf Borsäure.

50 ccm Wein werden zum Syrup auf dem Wasserbade eingedampft und der erhaltene Extract verascht (§ 16). Zu der Asche setzt man etwas Wasser und einige Tropfen verdünnte Salzsäure bis zur sauren Reaction, taucht ein Streifchen Curcumapapier[1]) in die Lösung und trocknet letzteres in einem Trockenschrank oder in einem Uhrglas auf dem Wasserbade bei 100° C. Ist nach dem Trocknen das Curcumapapier braunroth gefärbt, so ist Borsäure in dem Weine vorhanden.

In letzter Zeit werden häufiger Borsäurepräparate als Conservirungsmittel für Nahrungs- und Genussmittel in den Handel

---

[1]) Man digerirt und erwärmt einen Theil zerstossener Curcumawurzel mit 6 Theilen schwachem Weingeist und tränkt mit der filtrirten Tinktur Streifen von feinem Filtrirpapier. Das Curcumapapier muss nach dem Trocknen eine schön gelbe Farbe haben und von wässerigen Flüssigkeiten leicht benetzt werden.

gebracht und unter diesen auch ein Präparat zum Conserviren von Wein unter der Bezeichnung »J. Wickersheimer's Weinconservirungsflüssigkeit«, welche nach der Untersuchung von J. Moritz[1]) neben Salicylsäure auch Borsäure enthält.

§ 30.

Prüfung auf Gummi und Dextrin.

Nach Nessler und Barth[2]) werden 4 ccm Wein mit 10 ccm 96 procentigem Alkohol versetzt.

Bei reinen Weinen entsteht hierdurch nur eine sehr geringe Trübung, die sich in lockeren Flocken absetzt. Bei Gegenwart von arabischem Gummi oder Dextrin entsteht dagegen ein klumpiger zäher Niederschlag, der zum Theil zu Boden fällt, zum Theil an den Wandungen des Gefässes hängen bleibt.

Im letzteren Falle muss der Niederschlag weiter untersucht werden.

Zu diesem Zweck werden 100 ccm Wein auf etwa 5 ccm eingedampft und unter Umrühren mit 90 procentigem Weingeist, so lange noch ein Niederschlag entsteht, versetzt. Nach zwei Stunden wird der Niederschlag abfiltrirt. Man bringt denselben nun vermittelst 30 ccm Wasser in ein starkwandiges Gläschen, setzt 0,5 ccm verdünnte Salzsäure (Spec. Gew. 1,10) zu, verkorkt fest und erhitzt in einem gesättigten Kochsalzbade 4 Stunden lang auf 110°. Nach dem Erkalten wird die Flüssigkeit alkalisch gemacht, auf ein bestimmtes Volumen gebracht und der gebildete Zucker mit Fehling'scher Lösung bestimmt. Derselbe rührt entweder von zugesetztem Dextrin oder arabischem Gummi her.

---

1) Weinbau, **9**, 55.

2) Zeitschrift für analyt. Chemie, **22**, 165.

§ 31.

Bestimmung des Gerb- und Farbstoffes.

A. Methode Neubauer-Löwenthal.[1])

a. *Princip.*

Die Methode beruht darauf, dass in einer genau gemessenen Menge des entgeisteten Weines mit Hilfe einer titrirten Chamäleonlösung vorerst die Summen aller der darin enthaltenen oxydablen Substanzen einschliesslich des Gerb- und Farbstoffes bestimmt werden; alsdann wird eine gleiche Menge Wein mit Thierkohle gut durchgeschüttelt, nach einigem Stehen filtrirt, die Kohle gut mit Wasser ausgewaschen und in dem Filtrate wiederum der Verbrauch an Chamäleonlösung festgestellt. Die Thierkohle besitzt die Eigenschaft, den Gerb- und Farbstoff des Weines zu fällen. Das Filtrat enthält jetzt diejenigen Stoffe, welche ausser dem Gerb- und Farbstoff auf die Chamäleonlösung einwirken. Bringt man das Resultat der zweiten Titrirung von dem der ersten in Abzug, so ergiebt sich der Chamäleonverbrauch für die in dem Weine enthaltene Menge Gerb- und Farbstoff.

b. *Bereitung der nöthigen Lösungen etc.*

1. Chamäleonlösung. Man löst 1,333 Gramm krystallisirtes Kaliumpermanganat in 1 Liter Wasser. 24 ccm dieser Lösung entsprechen alsdann ungefähr 0,063 Gramm Oxalsäure.

2. Indigocarminlösung. 30 Gramm teigförmigen reinsten Indigocarmins löst man zu 1 Liter in Wasser, filtrirt die Lösung, füllt sie in kleine Glasflaschen und erwärmt diese nach sorgfältigem Verschluss mittelst eines guten Korkes und Ueberbinden des letzteren mit Pergamentpapier etwa 1 Stunde lang im Wasserbade auf 70° C. Auf diese Weise wird die Indigocarminlösung,

---

[1]) Annalen der Oenologie, Bd. II, S. 1.

welche sonst ausserordentlich leicht schimmelt, für lange Zeit haltbar. Die Lösung, welche bei der Operation als Indicator dient, muss so verdünnt werden, dass 20 ccm derselben ca. 7—9 ccm Chamäleonlösung verbrauchen. Zum Titriren mit Chamäleonlösung darf man sich keiner Bürette mit Gummiquetschhahn bedienen, da die Lösung den Gummi angreift, sondern einer solchen, die unten mit einem Glashahn versehen ist, wie Fig. 23 zeigt.

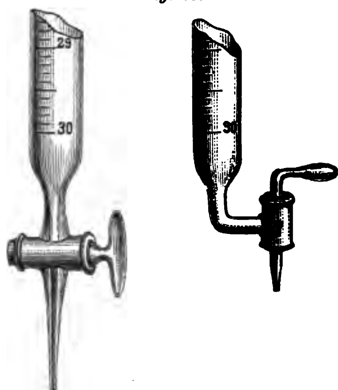


Fig. 23.

3. $^1/_{10}$ Normaloxalsäurelösung. Bereitung durch Vermischen von 1 Vol. der nach § 5 erhaltenen Normaloxalsäurelösung mit 9 Vol. destillirtem Wasser. 10 ccm entsprechen 0,04157 Gramm Tannin.

4. Verdünnte Schwefelsäure (1 : 4).

5. Reine Thierkohle. Fein gepulverte Thierkohle wird mit Salzsäure vollständig ausgezogen und darauf durch Decantation mit Wasser bis zum Verschwinden der Chlorreaction ausgewaschen. Man bewahrt die so erhaltene Kohle unter Wasser auf und schüttelt bei jedesmaligem Gebrauche um.

c. *Titerstellung.*

Dieselbe muss in saurer Lösung bei grosser Verdünnung ebenso wie die Gerbstoffbestimmung geschehen.

α) 20 ccm der Indigocarminlösung verdünnt man in einer $1^1/_2$—2 Liter fassenden Porzellanschale mit 1 Liter destillirfem Wasser, setzt 10 ccm verdünnte Schwefelsäure hinzu und lässt darauf, unter stetigem starkem Umrühren, die Chamäleonlösung langsam tropfenweise

zufliessen. Die blaue Lösung geht nach und nach in dunkelgrün über, wird bald darauf hellgrün und schliesslich tritt eine grüngelbe Nuance ein, aus welcher der nächste Tropfen der Chamäleonlösung den letzten grünlichen Schimmer zum Verschwinden bringt, so dass schliesslich ein glänzendes Goldgelb übrig bleibt. In den letzten Stadien ist es namentlich absolut nothwendig, die Chamäleonlösung in einzelnen sich langsam folgenden Tropfen zuzusetzen; im anderen Falle geht man leicht über die Endreaction hinaus, da einzelne Tropfen überschüssig zugesetzter Chamäleonlösung in der gelben Flüssigkeit nicht entdeckt werden können. Bei gutem Indigocarmin, und solcher ist überhaupt nur zu gebrauchen, schwindet der letzte grünliche Schimmer der Lösung plötzlich und macht einer rein gelben Nuance Platz, womit die Beendigung des Versuchs angezeigt wird. Der Versuch wird in gleicher Weise wiederholt. Man findet so die Beziehung zwischen Indigocarmin- und Chamäleonlösung.

β) Nun folgt die Titerstellung mit der $^1/_{10}$ Normaloxalsäure. 10 ccm $^1/_{10}$ Normaloxalsäure und 10 ccm verdünnte Schwefelsäure werden auf 100 ccm mit Wasser verdünnt, auf 60° erwärmt und mit Chamäleon bis zur schwachen Rothfärbung austitrirt. Man findet so die Chamäleonmenge, welche 10 ccm $^1/_{10}$ Normaloxalsäure zur Zerstörung verlangen. Zur Controle wird auch dieser Versuch mehrere Male wiederholt.

d. *Ausführung im Wein.*

Man giebt 100 ccm Wein in ein Kölbchen, tarirt dasselbe und entfernt dann durch längeres Kochen den Alkohol, da derselbe ebenfalls durch Chamäleon angegriffen wird. Nach dem Erkalten stellt man das Kölbchen wieder auf die Wage und füllt mit Wasser auf, bis das ursprüngliche Gewicht wieder her-

gestellt ist. Die Lösung bringt man in eine Bürette und lässt 10 ccm in eine grosse Porzellanschale fliessen, giebt 1 Liter Wasser und 10 ccm der verdünnten Schwefelsäure, sowie aus einer anderen Bürette genau 20 ccm Indigolösung zu. Die Flüssigkeit ist so für die Titration vorbereitet.

Man titrirt nun mit Chamäleonlösung genau wie unter c., α angegeben und setzt namentlich zu Ende des Versuches die Chamäleonlösung äusserst langsam zu und beachtet, dass die Indigolösung für sich allein ebensoviel oder besser noch einige Cubikcentimeter Chamäleon mehr verlangt, wie die 10 ccm Wein. Ist dies nicht der Fall, so setzt man entsprechend mehr Indigolösung zu, auf 10 ccm Wein 30 oder 40 ccm der letzteren. Die Anzahl der verbrauchten Cubikcentimeter Chamäleon wird notirt und der Versuch in der gleichen Weise wiederholt.

Ganz dieselben Operationen werden zwei Mal mit je 10 ccm des entgeisteten Weines ausgeführt, nachdem diese vorher behufs Entfernung des Gerb- und Farbstoffes mit Thierkohle behandelt worden sind. Zu letzterem Zweck verdünnt man 10 ccm des vom Alkohol befreiten Weines mit Wasser, versetzt mit einigen Cubikcentimetern der in Wasser aufgeschlemmten reinen Thierkohle, filtrirt nach einiger Zeit, wäscht die Thierkohle vorsichtig mit Wasser aus, bringt das Filtrat auf 1 Liter und titrirt dasselbe.

Beispiel:

Titer der angewandten Flüssigkeiten:

20 ccm der Indigocarminlösung erforderten für sich 9,55 ccm Chamäleon, 24,6 ccm der Chamäleonlösung entsprechen 0,063 Gramm Oxalsäure.

I.

20 ccm Indigolösung 10 « verdünnte Schwefelsäure 10 « des entgeisteten Weines 1 Liter destillirtes Wasser	erforderten 22,55 ccm Chamäleon,
desgleichen	22,50 ccm Chamäleon,
	45,05 ccm

II.

20 ccm Indigolösung 10 « verdünnte Schwefelsäure 10 « des entgeisteten mit Thierkohle behandelten Weines 1 Liter Wasser	erforderten 10,35 ccm Chamäleon,
desgleichen	10,40 ccm Chamäleon,
	20,75 ccm

ab den Chamäleonverbrauch für 40 ccm Indigo mit 19,10 ccm, bleibt für die Summe aller oxydablen Substanzen:

I.	II.
45,05 ccm	20,75 ccm
19,10 «	19,10 «
25,95 ccm	1,65 ccm

Angewandt wurden im Ganzen 20 ccm Wein.

Diese erforderten für Gerb- und Farbstoff und oxydable Substanzen . .	25,95 ccm Chamäleon,
die oxydablen Substanzen für sich allein	1,65 « «
es verbleiben demnach für Gerb- und Farbstoff	24,30 ccm Chamäleon.

100 ccm Wein erfordern also $24{,}30 \times 5 = 121{,}50$ ccm Chamäleon für Gerb- und Farbstoff.

24,6 ccm der angewandten Chamäleonlösung entsprechen 0,063 Gramm Oxalsäure, 0,063 Gramm Oxalsäure entsprechen 0,04157 Gramm Tannin.

100 ccm des fraglichen Weines enthalten sonach $24{,}6 : 0{,}04157 = 121{,}5 : x$. $x = 0{,}2052$ Gramm Gerb- und Farbstoff auf Tannin berechnet.

Bemerkungen zu vorstehender Methode. Aus Versuchen von Neubauer geht hervor, dass selbst die in den Rothweinen vorhandenen Pigmente dem Gewichte nach sehr gering

sind und nur verhältnissmässig kleine Mengen von Chamäleon, im Vergleich mit dem Gerbstoffgehalt, zur Oxydation verlangen. Man wird sich dem wahren Gerbstoffgehalt der Rothweine sehr nähern, wenn man, bei der Bestimmung des Farb- und Gerbstoffs, von dem gefundenen Tannin 0,01—0,02 Gramm pro 100 ccm für den Farbstoff in Abzug bringt.

In neuerer Zeit wird bei Gerbstoffbestimmungen zum Ausfällen des Gerbstoffes Hautblösse, das leimgebende Gewebe der Knochen und die sogenannten Hornschläuche empfohlen.[1]) Bei Rothweinen ist aber die Thierkohle noch vorzuziehen, da nach den Versuchen von Neubauer diese sämmtlichen Gerbstoff und sämmtlichen Farbstoff aufnimmt, während bei dem oben angegebenen Fällungsmittel ein Theil des Farbstoffes in Lösung bleibt.

Man kann mit den Methoden, die auf der Oxydation mit Chamäleon beruhen, noch keine absoluten Bestimmungen ausführen, sondern man erhält relative Zahlen, die untereinander vergleichbar sind, wenn sie sich auf gleichartige gerbstoffhaltige Substanzen beziehen, da der Reductionswerth der verschiedenen Arten von Gerbsäuren zu Chamäleon ein verschiedener ist. Bei Weinen hat man aber allgemein nach Neubauer angenommen, dass für den Gerbstoff und Farbstoff des Weines 41,57 Gewichtstheile soviel Chamäleon reduciren, wie 63 Gewichtstheile Oxalsäure.

B. Methoden von Nessler und Barth.[2])

a. Schätzung des Gehaltes an Gerbstoff im Wein.

In 10 ccm Wein wird, wenn nöthig, mit titrirter Alkaliflüssigkeit die freie Säure bis auf 0,5 % abgestumpft. (Die nöthige Menge an Alkali berechnet man aus der bei Bestimmung der freien Säure verbrauchten Quantität). Junge Weine werden durch wiederholtes Schütteln von der absorbirten Kohlensäure

---

[1]) Zeitschrift für analyt. Chemie, **22**, 595.

[2]) Ebendaselbst **22**, 170.

befreit. Man fügt nun 1 ccm 40procentiger Natriumacetatlösung und zuletzt tropfenweise 10procentige Eisenchloridlösung zu. Ein Tropfen der letzteren Flüssigkeit genügt zur Ausfällung von je 0,05 % Gerbstoff.

Die Intensität der Schwärzung kann man auch mit Lösungen von bekanntem Gerbstoffgehalt, auf gleiche Weise behandelt, vergleichen.

b. Annähernde Bestimmung des Gerbstoffgehaltes im Wein.

Um den Einfluss der Pectinkörper und solcher Substanzen, welche zuweilen schon beim blossen Stehen des Weines an der Luft Trübungen und Braunfärbungen bewirken, zu beseitigen, bringen Nessler und Barth[1]) folgendes Verfahren in Anwendung:

»12 ccm Wein werden zur Abscheidung jener Körper mit 30 ccm Weingeist versetzt, umgeschüttelt, wenn sich die Trübung flockig zusammengeballt hat, 35 ccm (entsprechend 10 ccm Wein) durch ein Faltenfilter abfiltrirt, auf etwa 6 bis 7 ccm eingedunstet, und mit Wasser, bis die Flüssigkeit 10 ccm beträgt, in ein Reagensglas gespült, welches, oben circa 16 mm weit, nach unten schlank cylindrisch auf ca. 8 mm lichte Weite so ausgezogen ist, dass der enge Raum etwa 4 ccm beträgt; der letztere ist bürettenartig in $^1/_{10}$ ccm getheilt; ausserdem besitzt das Reagensglas bei 10, 11, 20, 22 ccm Gehaltsmarken. In diesem Rohr wird 1 ccm concentrirter Lösung von essigsaurem Natron und 1 bis 2 Tropfen 10procentiger Eisenchloridlösung hinzugefügt, umgeschüttelt und 24 Stunden stehen gelassen. Hat sich das gerbsaure Eisenoxyd gleichförmig abgesetzt, so entspricht 1 ccm Niederschlag 0,033 %, 3 ccm = 0,10 %, 6 ccm = 0,2 % Gerbstoff.

---

[1]) Zeitschrift für analyt. Chemie, **23**, 320.

Für die sich homogen absetzenden Niederschläge ergibt sich also folgende Tabelle über den approximativen Gerbstoffgehalt:

ccm Niederschlag nach 24 Stunden	Gerbstoffgehalt des Weines	ccm Niederschlag nach 24 Stunden	Gerbstoffgehalt des Weines
0,1	0,003 %	2,0	0,07 %
0,2	0,007 »	3,0	0,10 »
0,3	0,010 »	4,0	0,13 »
0,4	0,013 »	5,0	0,17 »
0,5	0,017 »	6,0	0,20 »
0,6	0,020 »	9,0	0,30 »
0,7	0,023 »	12,0	0,40 »
0,8	0,027 »		
0,9	0,030 »		
1,0	0,033 »		

Hat sich aus irgend welchen Gründen der Niederschlag nicht homogen abgesetzt,[1]) so ist er durch Umschütteln in der Flüssigkeit wieder gleichmässig zu vertheilen, und es sind über den Grad der Trübung Vergleichsversuche anzustellen. Im Allgemeinen kann dann die Beobachtung als Anhalt dienen, dass

bei 0,10 % Gerbstoffgehalt Verdünnen im Röhrchen mit destillirtem Wasser von 11 auf 22 ccm und Umschwenken erforderlich ist, damit wie

bei 0,05 % die engen Stellen des Gläschens so eben durchscheinend werden, während die weiten ganz undurchsichtig bleiben,

bei 0,02 % die engen deutlich durchsichtig, die weiten so eben schwach durchscheinend,

bei 0,01 % enge und weite Stellen durchsichtig sind und die Flüssigkeit von dunkel blaugrauer Farbe,

bei 0,005 % die Flüssigkeit licht blaugrau,

bei 0,002 % die Flüssigkeit noch deutlich grünlichgelb,

bei 0,001 % die Flüssigkeit sehr schwach grünlichgelb ist.

---

[1]) Zuweilen bleibt auch bei sehr gerbstoffreichen Weinen (bei Rothweinen) der Niederschlag grossentheils in der Flüssigkeit suspendirt.

Bei Rothweinen führt man die Ausfällung des Gerbstoffs als Eisensalz am besten in graduirten Cylindern zu 25 ccm aus, erleichtert bei starkem Gerbstoffgehalt das Absetzen des Niederschlags alsbald durch Verdünnen von 11 auf 22 ccm und erst, wenn er sich auch dann noch nicht absetzen mag, nimmt man mit dem entsprechend verdünnten Wein eine colorimetrische oder opacimetrische Vergleichsprüfung in oben beschriebenen Gläschen vor.«

§ 32.

Prüfung auf Farbstoffe.

A. **Natürliche Farbstoffe** (Pflanzenfarbstoffe und Cochenille).

Wenn auch der Nachweis einzelner fremder rother Pflanzenfarbstoffe in ausschliesslich damit gefärbten Weinen zuweilen gelingt, so verlieren diese Methoden doch sehr an Werth, wenn Rothweine neben ihrem natürlichen Farbstoff einen oder mehrere fremde Pflanzenfarbstoffe zugleich enthalten.

Aus diesem Grunde will ich von einer eingehenden Besprechung der von den verschiedenen Analytikern empfohlenen Verfahren zum Nachweis fremder Farbstoffe Abstand nehmen und nur die Literaturangaben mit kurzem Hinweis auf das Prinzip der einzelnen Methoden zur Orientirung folgen lassen.

a. Untersuchungen des natürlichen Rothweinfarbstoffes.

Nach G. J. Mulder[1]) ist der natürliche Rothweinfarbstoff ein Gemenge eines blauen Farbstoffes, des Oenocyanin's oder Oenolin's, mit einem Zersetzungsproduct der Gerbsäure.

A. Gautier[2]) hat den Farbstoff gleichfalls abgeschieden und ihn näher untersucht.

---

[1]) Mulder's Chemie des Weins (1856), S. 223.

[2]) Dingler's Journal, **229**, 567.

E. Duclaux[1]) nimmt als das färbende Prinzip des Rothweines einen von ihm entdeckten farblosen gallertartigen Körper an, der durch Sauerstoffaufnahme sich roth färbt.

J. Erdmann[2]) hat beobachtet, dass der natürliche Weinfarbstoff sich leicht durch Salzsäure in zwei Farbstoffe spalten lässt, von denen der eine in Amylalkohol löslich, der andere darin unlöslich ist. Der erstere wird durch Ammoniak grün gefärbt, der letztere beim Neutralisiren indigblau. Der in Amylalkohol unlösliche Körper findet sich nur in jüngeren Weinen.

Der Rothweinfarbstoff erleidet hiernach beim Lagern des Weines eine Veränderung.

Ad. Andrée[3]) hat Untersuchungen über den Farbstoff des ächten Rothweins angestellt und enthalten nach ihm die Trauben stets denselben blauen Farbstoff, der durch die Gährung nicht verändert wird. Die Verschiedenheit der Reactionen, welche die Farbstoffe verschiedener Rothweine zeigen, schreibt der Verfasser nicht dem Farbstoff selbst, sondern dem Einflusse und der Verschiedenheit der übrigen in den Weinen enthaltenen Stoffe zu.

b. Prüfungsmethoden auf fremde Farbstoffe.

A. Facen[4]) hat angegeben, dass reiner Rothwein beim Schütteln mit Braunstein entfärbt werde.

G. C. Wittstein[5]) hat diese Angabe als zur Erkennung reiner Rothweine nicht ausreichend bezeichnet, da auch Wein mit Malvenblüthenzusatz nach einer Stunde vollständig entfärbt werde.

Z. Fantoggini und G. Cottini[6]) glaubten in dem Ver-

---

[1]) Annales de Chimie et de Physique, [5] **3**, 108.
[2]) Berichte d. d. chem. Gesellschaft, **11**, 1870.
[3]) Archiv der Pharm. **217**, 261.
[4]) Journ. de med. de Bruxelles, 186, Aôut, pag. 151.
[5]) Vierteljahrsschrift für pract. Pharm. Bd. **18**, 241.
[6]) Dingler's polytechn. Journal, **199**, 432.

halten der Rothweinfarbstoffe gegen Salpetersäure ein Unterscheidungsmerkmal zwischen natürlichem und künstlich gefärbtem Rothwein gefunden zu haben. Ersterer soll viel langsamer von Salpetersäure angegriffen werden als die künstlichen Farbstoffe.

F. Sestini[1]) hat dagegen nachgewiesen, dass das Verhalten zu Salpetersäure nicht in allen Fällen zutreffend ist.

R. Sulzer[2]) empfiehlt auch die Anwendung von concentrirter Salpetersäure zur Unterscheidung des ungefärbten Rothweines vom künstlich gefärbten.

Nach R. Böttger[3]) lässt sich der Farbstoff der schwarzen Malve in Rothwein daran erkennen, dass durch Zusatz einer concentrirten Lösung von Kupfervitriol bei Gegenwart desselben eine prachtvoll violette Flüssigkeit entsteht, während reiner Rothwein entfärbt wird.

Nach K. Calmberg[4]) ist das Verhalten der ächten Farbe zu Kupfervitriol gerade so wie dasjenige der Malvenfarbe.

W. Stein[5]) ist zu einem gleichen Resultate gekommen bei ächtem Rothwein, welchem nur 20 Proc. Malvenwein zugesetzt waren. Das Malvenroth liess sich durch die Böttger'sche Reaction nicht mehr erkennen.

A. Dupré[6]) benutzt kleine Würfel von Gelatine zur Entdeckung fremder Farbstoffe im Wein. Die Würfel werden in den zu prüfenden Wein gelegt und 24—48 Stunden darin liegen gelassen. Ist der Wein rein, so wird in den herausgenommenen und etwas gewaschenen Würfeln der Farbstoff nicht weiter als 1,5—3 mm eingedrungen sein.

---

[1]) Landwirthschaftl. Versuchsstationen, **15**, 9.

[2]) Schweizer. Wochenschr. für Pharm. 1876, pag. 160 und Polyt. Notizbl. **31**, 176.

[3]) Zeitschrift für analyt. Chemie, **15**, 107.

[4]) Archiv d. Pharm. **211**, 47.

[5]) Dingler's polyt. Journal, **224**, 553.

[6]) The Analyst, 1877, S. 186 u. Zeitschr. f. analyt. Chemie, **18**, 496.

E. Duclaux[1]) hat den natürlichen Rothweinfarbstoff mit dem Farbstoff der Malvenblüthe, der Kermesbeere und der Cochenille verglichen. Der Farbstoff der Malvenblüthe soll durch Sauerstoffeinwirkung immer löslicher, der des Weines immer unlöslicher werden. Der Nachweis der Cochenille soll durch das Spectroskop geführt werden. Der Farbstoff der Kermesbeere soll durch Zink und Salzsäure sofort entfärbt werden.

F. Boyer und H. Coulet[2]) verwenden zum Nachweis der Cochenille im Wein mit Zinnsalz gebeizte Wolle, auf welcher sich der Farbstoff niederschlagen soll, während nach den Angaben der Verfasser natürlicher Weinfarbstoff von der so behandelten Wolle nicht angezogen wird.

E. Jacquemin[3]) benutzt mit Chromsäure gefärbte Wolle als Reagens auf gewisse fremde Farbstoffe, wie Cochenille, Brasilienholz- und Campecheholzextract.

Nach Eugen Dietrich[4]) unterscheidet sich ächter Wein von gefärbtem durch das Verhalten gegen essigsaures Bleioxyd, schwefelsaures Kupferoxyd und Barytwasser. Der Verfasser empfiehlt, Filtrirpapier mit diesen Reagentien zu tränken und dann zu trocknen. Nach den gemachten Angaben soll ächter Wein die Papiere farblos lassen, während die gefärbten Weine darauf einen violetten bis blauen Fleck erzeugen.

Mellies[5]) bringt den zu prüfenden Wein in ein Reagensglas und setzt etwas Aether zu. Aus den Farbennuancen, welche durch Zusatz von Ammoniak zu dem Aether entstehen, will der Verfasser die Gegenwart von Campecheholz, Färbermoos und Cochenille erkennen.

---

[1]) Compt. rend. **78**, 1159 und Zeitschr. f. analyt. Chemie, **13**, 464.
[2]) Compt. rend. **76**, 585 und Zeitschr. f. analyt. Chemie, **13**, 465.
[3]) Compt. rend. **79**, 528 und Zeitschr. f. analyt. Chemie, **13**, 465.
[4]) Archiv für Pharm. [2. R.] **5**, 463.
[5]) Pharm. Centralhalle, **16**, 34.

Herm. W. Vogel[1]) hat eine sehr umfassende Arbeit über den Nachweis der fremden Farbstoffe vermittelst des Spectroskops veröffentlicht; doch hat sich auch diese Methode zur Erkennung von dem Weine zugesetzten Pflanzenfarbstoffen bis jetzt nicht bewährt.

F. v. Lepel[2]) hat spectroskopische Untersuchungen zur Erkennung des Saftes der Rothenrübe und des Klatschmohnfarbstoffes im Wein veröffentlicht.

W. Stein[3]) hat eine Untersuchungsmethode zur Erkennung künstlich gefärbter Weine veröffentlicht, welche sich auf das Verhalten der Farbstoffe zur Wollfaser und zur Thonerde gründet. Nach diesem Verhalten können die Farbstoffe in drei Gruppen eingetheilt werden:

1. Farbstoffe, welche sich unmittelbar mit der Wollfaser verbinden: Fuchsin, Indigo;
2. Farbstoffe, welche dazu einer Beize bedürfen: Farbstoffe von Blauholz, Rothholz, Cochenille;
3. Farbstoffe, deren Verbindungsfähigkeit mit der reinen sowohl, als mit der gebeizten Faser nur sehr schwach ist, während sie sich leicht mit Thonerde (auch Bleioxyd und anderen Metalloxyden) verbinden: Die Farbstoffe des Weines, der Kirschen, Heidelbeeren, Hollunderbeeren, Ligusterbeeren, Malvenblüthen.

Arm. Gautier[4]) hat die Reactionen der verschiedenen Farbstoffe für sich und in Weinmischungen zusammengestellt. Als Reagentien dienen: Natriumcarbonat, Ammoniak, Barytwasser, Essigsäure, Boraxlösung, Alaunlösung, Bleiacetatlösung, Thonerde-

[1]) Bericht der deutschen chem. Gesellschaft zu Berlin, **8**, 1246.

[2]) Bericht der deutschen chem. Gesellschaft zu Berlin, **11**, 1552.

[3]) Dingler's polyt. Journal, **224**, 553.

[4]) Bull. soc. chim. de Paris, **25**, 435; Dingler's polyt. Journal, **222**, 372, sowie Archiv der Pharm. [3. R.], Bd. 9, S. 486—526.

acetat und Baryumsuperoxyd. Auch giebt der Verfasser einen systematischen Gang zur Erkennung der Natur der den Weinen zugesetzten fremden Farbstoffe.

R. Stierlin[1]) hat gleichfalls die Reactionen der zur Weinfärbung verwandten Farbstoffe untersucht und dienten ihm als Reagentien: Ammoniak, Mangansuperoxyd, Natriumbicarbonat, conc. Salpetersäure, Zink und Salzsäure, Alaunlösung und Bleiessig, zu welchen noch

J. König[2]) Kalkmilch hinzufügte.

V. Griessmayer[3]) hat Studien über den Weinfarbstoff und über Weinfärbung veröffentlicht und die auch von anderer Seite schon empfohlenen Reagentien in Anwendung gebracht.

A. Hilger[4]) hat das Verhalten der Farbstoffe des ächten Rothweines, der Malven, Heidelbeeren und Kermesbeeren gegen Aetzkalk und Calciumcarbonat geprüft und glaubt Unterscheidungsmerkmale aufgefunden zu haben.

J. Nessler[5]) hatte auch die Anwendung von Kalk und Kreide zur Unterscheidung der verschiedenen Farbstoffe empfohlen, doch wurden die Reactionen später von ihm als nicht immer zutreffend gefunden.

Ad. Andrée[6]) hat nachgewiesen, dass Heidelbeer- und Weinfarbstoff völlig identisch sind und dass es nicht möglich ist, nach den von A. Gautier[7]) veröffentlichten Reactionen sicher zu arbeiten.

---

[1]) R. Stierlin: »Ueber Weinfälschung und Weinfärbung«, Bern 1872 und J. König: »Die menschlichen Nahrungs- und Genussmittel.« 2. Bd. 2. Aufl. 571.

[2]) l. c.

[3]) Dingler's polyt. Journal, **223**, 531.

[4]) Archiv der Pharm. [3. R.], **9**, 481.

[5]) Landwirthschaftl. Wochenblatt des Grossherzogthums Baden. 1876. No. 10.

[6]) l. c.

[7]) l. c.

C. Gänge[1]) hat die Angaben Andrée's durch eigene, unabhängige Untersuchungen bestätigt.

C. Weigert[2]) bezweifelt die Richtigkeit derselben.

A. Dupré[3]) glaubt in dem Verhalten des Wein- und Heidelbeerfarbstoffes gegen Gelatine ein Unterscheidungsmerkmal zwischen den beiden Farbstoffen zu besitzen. Heidelbeerfarbstoff soll leicht, Weinfarbstoff schwer in dieselbe eindringen.

A. Pizzi[4]) schüttelt zur Auffindung von Campecheholzfarbstoff den Wein mit Braunstein, filtrirt und bringt zu dem Filtrate Zink und Salzsäure, wodurch Haematoxylin zurückgebildet wird, welches durch eine neutrale Lösung von Ferrosulfat sich dunkel violett färbt.

C. Jegel[5]) bringt zu Rothwein Zinkpulver, schüttelt und erwärmt bei sehr intensiv gefärbten Rothweinen. Man erhält eine hell bräunliche Flüssigkeit, aus der sich nach dem Filtriren an der Luft ein tief violetter Niederschlag, der in Säuren mit rother Farbe löslich ist, abscheidet. Ein gleiches Verhalten zeigt nur der Heidelbeerfarbstoff.

H. Macagno[6]) benutzt den Spectralapparat zum Nachweis der Orseille-, Malvenblüthen-, Kermesbeeren- und Heidelbeerfarbstoffe, sowie des Indigos.

J. de Groot[7]) schüttelt 1 Vol. Wein mit 1 Vol. Chloroform und 3 Vol. absolutem Alkohol und setzt zu dem Gemisch 2 Vol. destillirtes Wasser. Er beobachtet die Färbungen der sich bildenden Schichten bei Zusatz von Ammoniak. Der Nach-

---

1) Archiv der Pharm. **217**, 161.
2) Weinlaube, **12**, 619.
3) Zeitschrift für analyt. Chemie, **21**, 430.
4) Berichte der deutschen chem. Gesellschaft zu Berlin, **14**, 1217.
5) Weinlaube **13**, 415.
6) Chemical News **43**, 202 und Zeitschr. f. analyt. Chem., **21**, 430.
7) Zeitschrift des allgem. Oesterr. Apotheker-Vereins, **20**, 21.

weis der Farbstoffe von Carmin, Fliederbeeren, Campecheholzextract, Klatschrosen u. s. w. soll hierdurch gelingen.

P. Pastrowich[1]) verwendet zum Nachweis der Beerenfarbstoffe, der Cochenille, sowie der Farbstoffe des Roth- und Blauholzes, Braunstein.

Boni[2]) versetzt zum Nachweis des Campecheholzfarbstoffes den Wein mit Kalkmilch. Der entstandene Niederschlag wird abfiltrirt, das Filtrat mit Wasser verdünnt und so lange verdünnte Schwefelsäure zugefügt, bis die Flüssigkeit wieder eine rothe Farbe angenommen hat. Dann wird absoluter Alkohol zugesetzt und von neuem filtrirt. Fügt man nun zu dem Filtrate einige Tropfen Ammoniummolybdat, so verwandelt sich die Farbe bei Anwesenheit des fraglichen Farbstoffes in Purpurroth, während sie bei ächtem Wein unverändert bleibt.

B. **Künstliche Farbstoffe** (Theerfarbstoffe).

Der Nachweis dieser Farbstoffe ist viel sicherer zu führen, als derjenige der meisten natürlichen Farbstoffe.

1. *Prüfung auf Fuchsin.*

20 ccm Wein werden mit 10 ccm Bleiessig versetzt, die Mischung etwas erwärmt und gut durchgeschüttelt. Man filtrirt in ein Probirrohr, setzt zu dem Filtrate 2 ccm Amylalkohol und schüttelt wieder. Der Amylalkohol steigt an die Oberfläche und ist entweder farblos oder roth gefärbt.

a. Der Amylalkohol ist farblos.

Der Wein enthält keine bedeutendere Menge von Fuchsin.

---

[1]) Berichte der deutschen chem. Gesellschaft zu Berlin, **15**, 808.
[2]) Pharm. Centralblatt, **23**, 593.

b. Der Amylalkohol ist roth gefärbt.

Man giesst denselben in ein anderes Probirrohr ab, indem man das erstere bis nahe an den Rand mit Wasser auffüllt und vertheilt den so isolirten Amylalkohol in zwei Proberöhrchen.

Zu dem einen Theil setzt man Salzsäure, zu dem anderen Ammoniak. Rührt die Farbe des Amylalkohols von Fuchsin her, so wird derselbe in beiden Fällen entfärbt. (Ging die rothe Farbe des Amylalkohols bei Zusatz von Ammoniak in Purpurviolett über, so deutet dies auf Orseille resp. Persio).[1])

Zum Nachweis von sehr geringen Mengen von Fuchsin hat V. Wartha[2]) die ursprüngliche Falières'sche von Ritter verbesserte Methode auf folgende Art modificirt:

150 bis 200 ccm Wein werden auf $^1/_3$ bis $^1/_5$ eingedampft und der Rückstand noch warm (um alles Fuchsin in Lösung zu behalten) in einen mit Glasstöpsel versehenen reinen Glascylinder gebracht, mit Ammoniak versetzt, 30—40 ccm Aether zugegossen, der Cylinder geschlossen und vorsichtig geschüttelt, um Emulsionsbildung zu verhindern. Die klare Aetherschicht wird nun durch ein trockenes Filter in ein vollständig reines Porzellanschälchen filtrirt. Hierauf setzt man 1 bis 2 Fädchen reiner, vorher gewaschener und nachher wieder getrockneter Strickwolle von ungefähr 3—4 cm Länge hinzu und lässt nun den vollständig farblosen Aether an einem warmen Orte verdampfen. Waren auch nur ganz geringe Mengen von Fuchsin zugegen, so färbt sich die Wolle rosa bis roth. In jedem Falle wird der eine Faden zur späteren etwaigen Nachprüfung in einem Röhrchen aufbewahrt, der andere Faden aber in zwei Theile

[1]) Orseille und Persio sind Flechtenfarbstoffe, welche aus Rocella- und Lecanoraflechten bereitet werden. Persio ist eingetrocknete und gepulverte Orseille.

[2]) Bericht der deutschen chem. Gesellschaft zu Berlin, **13**, 659.

geschnitten, wovon der eine mit Ammoniak, der andere mit starker Salzsäure befeuchtet wird. In beiden Fällen wird die rothe Farbe verschwinden, wenn die Färbung der Wolle von Fuchsin herrührte.

(Bei Gegenwart von Orseille wird die Farbe der Wolle durch das Ammon purpurviolett.)

Zur quantitativen Bestimmung des Fuchsins im Rothweine haben Nessler und Barth[1]) die Methode von Falières zu folgenden colorimetrischen Verfahren modificirt:

»100 ccm Rothwein werden in einem etwa 180—200 ccm fassenden verschliessbaren Cylinder mit 5 ccm starken Ammoniaks alkalisch gemacht, mit 30 ccm Aether energisch durchgeschüttelt und unter fest aufgesetztem Stopfen einige Zeit zur Trennung der ätherischen Schicht von dem Wein stehen gelassen. Die Trennung geht in Cylindern von etwa 30 mm Weite ziemlich rasch und vollständig vor sich, auch wenn man bis zur Bildung einer vollständigen Emulsion durchgeschüttelt hatte; sie vollzieht sich desto langsamer und unvollkommener, je ausgedehnter die Berührungsschicht beider Flüssigkeiten ist. Man giesst nun 20 ccm der klaren ätherischen Flüssigkeit ab, was leicht gelingt, ohne dass man zu filtriren[2]) braucht und dunstet in einem Porzellanschälchen über einem weissen Wollfaden von genau 5 cm Länge bei gewöhnlicher Temperatur ein. Der während des Verdunstens zum Theil am Rande der Porzellanschale sich ansetzende Rückstand wird durch leichtes, vorsichtiges Umschwenken wieder in dem noch nicht verdunsteten Aether gelöst und so der eventuell extrahirte Farbstoff so gut wie vollständig auf der Faser des Wollfadens fixirt.

---

[1]) Zeitschrift für analyt. Chemie, **23**, 318.

[2]) Ein Abfiltriren der ätherischen Lösung vermeide man unter allen Umständen, da geringe Mengen von Fuchsin vollständig vom Filtrirpapier zurückgehalten werden und sich dem Nachweis entziehen können.

Zeigt der Wollfaden eine rosa oder rothe Färbung, so wird deren Intensität durch colorimetrischen Vergleich mit Fäden von bekanntem Fuchsingehalt bestimmt, die man sich am besten auf folgende Weise dauernd brauchbar herstellt:

Man löse 10 mg Fuchsin unter gelindem Erwärmen in etwa 50 ccm wässeriger Flüssigkeit, welche etwas Citronensäure und etwas Weingeist enthält, lasse erkalten und bringe diese Lösung auf 100 ccm. Die Flüssigkeit entspricht einem Fuchsingehalt von 10 g im Hektoliter. Durch geeignete Verdünnung, am besten mit Weiss- oder fuchsinfreiem Rothwein, stelle man sich Flüssigkeiten her, welche einem Gehalt von 500, 200, 100, 50, 20, 10, 5, 2, 1 mg Fuchsin im Hektoliter entsprechen und behandle je 100 ccm dieser Flüssigkeiten genau nach der oben angegebenen Methode; man wird finden, dass wenn aller Farbstoff aus 20 ccm der ätherischen Fuchsinlösung auf den 5 cm langen Wollfäden fixirt ist, sich 5 mg Fuchsin im Hektoliter noch deutlich 2 mg im Hektoliter soeben noch nachweisen lassen.

Die so bereiteten Wollfäden lassen sich mit je einem gleich langen circa 3 mm breiten Stückchen rein weissen Cartons in Glasröhrchen von 5 mm lichter Weite und circa 80 bis 90 mm Länge so einschmelzen, dass der Carton die Unterlage des Fadens bildet und auf der vom Faden abgewandten Seite den der Färbung entsprechenden Fuchsingehalt verzeichnet trägt.

Werden diese Vergleichsproben in einer Hülse mit geschwärzten Wänden aufbewahrt, so büssen sie durch diese Abhaltung von Licht und Luft nichts von ihrer Farbenintensität ein und können bei jeder späteren, positives Resultat ergebenden Fuchsinprüfung nach obiger Methode zur colorimetrisch-quantitativen Bestimmung des Fuchsins benutzt werden.

Zweckmässigerweise schliesse man sich auch einen Wollfaden, der zur Prüfung eines fuchsinfreien Rothweins gedient hat, wie oben beschrieben, in ein Glasröhrchen ein.«

F. König[1]) empfiehlt zum Nachweis von Fuchsin im Wein folgende Methode:

50 ccm Wein werden mit Ammoniak in geringem Ueberschuss versetzt, bis die rothe Farbe in ein schmutziges Grün übergegangen ist. Man kocht nun die Mischung mit etwa 0,5 Gramm reinen weissen Wollfäden in einem Kolben, bis aller Alkohol und der Ueberschuss an Ammoniak verjagt sind, wobei die grüne Farbe allmählich in Braunroth übergeht. Fuchsin fixirt sich hierbei auf der Wolle. Auch bei unverfälschtem, dunklem Rothwein nimmt die Wolle immer eine schwach röthliche Farbe an. Um daher jeden Zweifel zu heben, wird die Wolle durch Waschen mit Wasser und Ausdrücken gereinigt, in einem Probirröhrchen mit reiner ($^1/_8$ bis $^1/_{10}$ festes Kalihydrat enthaltender) Kalilauge durchfeuchtet, doch darf die Wolle nicht in der Kalilauge schwimmen. Man erhitzt unter starkem Schwenken vorsichtig, bis die Wolle sich vollständig zu einer mehr oder weniger braunen Flüssigkeit gelöst hat, versetzt dieselbe nach dem Erkalten mit ihrem halben Volumen reinen Alkohols und schichtet das gleiche Volumen Aether darüber, worauf man erst gelinde, dann stark schüttelt. Bei Gegenwart der geringsten Spur Fuchsin im angewandten Wein färbt sich die abgegossene ätherische Lösung mit Essigsäure roth. Auch violette und blaue Anilinfarbstoffe lassen sich nach dieser Methode nachweisen, da der natürliche Weinfarbstoff durch die verschiedenen Operationen zerstört wird.

Zu dieser Methode bemerkt B. Haas,[2]) dass das Schütteln nicht zu stark vorgenommen werden darf, da sich sonst eine Emulsion bildet. Ist der Wein mit Orseille gefärbt, so tritt nach längerem Erhitzen des mit Ammoniak versetzten Weines Entfärbung ein. Wird die Wolle aus der heissen Flüssigkeit

---

[1]) Bericht der deutschen chem. Gesellschaft zu Berlin, **13**, 2263.
[2]) Zeitschrift für analyt. Chemie, **20**, 373.

genommen, nachdem die Farbe derselben verschwunden ist und ein wenig der Luft ausgesetzt, so färbt sie sich roth. Wird dieselbe jedoch aus der heissen Flüssigkeit rasch herausgenommen und sogleich mit Wasser ausgewaschen, so bleibt nur eine Spur von Farbstoff in der Wolle zurück. Unter Befolgung dieser Vorsichtsmassregeln lässt sich nach der betreffenden Methode Fuchsin von Orseille sicher unterscheiden.

Bemerkung zu vorstehenden Methoden.

Nach den Untersuchungen von B. Haas,[1] J. Nessler[2] und E. Geissler[3] kann das Fuchsin sich nach und nach aus dem Weine abscheiden. Hat sich demnach in einem Rothwein ein Absatz gebildet, so ist nicht nur der Wein, sondern auch der Niederschlag auf Fuchsin zu prüfen.

2. *Prüfung auf rosanilinsulfonsaures Natrium.*

Dasselbe wird nach R. Kayser[4] häufiger an Stelle des Fuchsins zum Färben von Wein benutzt, da die Färbung der Rosanilinsulfonsäurelösung ähnlicher der Weinfarbe ist, als die einer Fuchsinlösung. Im Wein kann es nur übersehen werden, wenn man nur mit Amylalkohol aus ammoniakalischer Lösung ausschüttelt. Die Lösung in organischen Säuren ist kirschroth und wird durch Mineralsäuren bei gewöhnlicher Temperatur nicht, durch überschüssiges Ammoniak dagegen gelb, entfärbt. Beim Ausschütteln von mit Essigsäure angesäuertem Wein mit Amylalkohol giebt das rosanilinsulfonsaure Natrium an letzteren einen rothen Farbstoff ab, welcher das Rosanilinspectrum zeigt.

---

[1] Zeitschrift für analyt. Chemie, **20**, 373.
[2] Weinlaube, **13**, 97.
[3] Pharm. Centralhalle, **21**, 55.
[4] Repert. für analyt. Chemie, **1**, 131.

§ 33.

Prüfung auf Salpetersäure.

Salpetersäure konnte bis jetzt in reinen Naturweinen nicht nachgewiesen werden. Dieselbe findet sich aber häufiger in solchen Weinen, welche mit Hülfe von Nitrate enthaltendem Brunnen- oder Flusswasser nach den Methoden von Gall und Petiot[1]) dargestellt worden sind.[2])

Ausführung im Wein.

a. In Weissweinen.

α) Der Wein wird mit Thierkohle entfärbt, dann filtrirt und mehrere Tropfen des Filtrates in ein Schälchen fliessen gelassen, in welchen sich einige Körnchen Diphenylamin und 1 ccm concentrirte Schwefelsäure befinden. Wenn irgend bedeutendere Mengen Salpetersäure in dem Weine enthalten sind, wird sogleich oder wenigstens in nicht allzu langer Zeit das Auftreten einer Blaufärbung in der Flüssigkeit wahrgenommen.

Es lassen sich so noch Salpetersäuremengen bis 10 mg im Liter nachweisen.

β) Um kleinere Mengen von Salpetersäure zu entdecken, dampft man 100 ccm Wein in einer Porzellanschale auf dem Wasserbade zum dünnen Syrup und fügt nach dem Erkalten so lange absoluten Alkohol zu, als noch eine Trübung entsteht. Dadurch werden die Eiweissstoffe etc. aus dem Weine abgeschieden. Man filtrirt alsdann, verdampft das Filtrat unter Zusatz von destillirtem Wasser und Thierkohle auf ca. 10 ccm, filtrirt und prüft die so erhaltene klare Flüssigkeit wie eben angegeben auf Salpetersäure.

---

[1]) Siehe zweite Abtheilung.

[2]) Nach einer von E. Egger demnächst im Archiv für Hygiene erscheinenden Arbeit.

b. In Rothweinen.

α) 100 ccm Wein werden mit 6 ccm Bleiessig versetzt.

Der entstandene Niederschlag wird abfiltrirt und zum Filtrate 4 ccm einer concentrirten Lösung von Magnesiumsulfat und etwas Thierkohle gegeben. Man filtrirt nach einigem Stehen und prüft das Filtrat, wie in a. angegeben, auf Salpetersäure. Die Grenze des sicheren Nachweises von Salpetersäure ist auch hier 10 mg im Liter.

β) Zum Nachweis geringerer Mengen von Salpetersäure wird das letzte Filtrat zum dünnen Syrup eingedampft und nach a., β) weiter behandelt.

Zur quantitativen Bestimmung der Salpetersäure im Wein kann die von Schulze-Tiemann[1]) angegebene Methode verwandt werden.

Bemerkung. Es ist nothwendig, sämmtliche Materialien, wie Wasser, Thierkohle und Schwefelsäure, vor ihrer Verwendung auf's Genaueste auf Salpetersäure zu prüfen und alle Gefässe mit destillirtem Wasser gut auszuspülen.

---

[1]) Zeitschrift für analyt. Chemie, 9, 401, und Berichte der deutschen chem. Gesellschaft zu Berlin, 6, 1041. Siehe auch R. Fresenius, Quantitative Analyse, 6. Aufl., 2 Bd., § 205, S. 154.

Nachtrag zur I. Abtheilung.

Beschlüsse der von dem Kaiserlichen Gesundheitsamte einberufenen Commission zur Vereinbarung einheitlicher Wein-Untersuchungsmethoden.

Instruktion

über das

Erheben, Aufbewahren und Einsenden von Wein behufs Untersuchung durch den Sachverständigen.

---

1. Von jeder Probe ist mindestens 1 Flasche (3/4 Liter), möglichst vollgefüllt, zu erheben.
2. Die zu verwendenden Flaschen und Korke müssen durchaus rein sein; am geeignetsten sind neue Flaschen und Korke. Krüge oder undurchsichtige Flaschen, in welchen das Vorhandensein von Unreinigkeiten nicht erkannt werden kann, sind nicht zu verwenden.
3. Jede Flasche ist mit einem anzuklebenden (nicht anzubindenden) Zettel zu versehen, auf welchem der Betreff und die Ordnungzahl des beizulegenden Verzeichnisses der Proben angegeben sind.
4. Die Proben sind, um jeder Veränderung derselben, welche unter Umständen in kurzer Zeit eintreten kann, vorzubeugen, sobald als möglich in das chemische Laboratorium zu schicken. Werden sie aus besonderen Gründen einige Zeit an einem anderen Ort aufbewahrt, so sind die Flaschen in einen Keller zu bringen und stets liegend aufzubewahren.

5. Werden Weine in einem Geschäft entnommen, in welchem eine Verfälschung stattgefunden haben soll, so ist auch eine Flasche von demjenigen Wasser zu erheben, welches muthmaasslich zum Verfälschen der Weine verwendet worden ist.
6. Es ist in vielen Fällen nothwendig, dass zugleich mit dem Wein auch die Acten der Voruntersuchung dem Chemiker eingesandt werden.

[Vergleiche Anmerkung zu S. 4.]

Analytische Methoden.

Specifisches Gewicht. Bei der Bestimmung desselben ist das Pyknometer oder eine mittelst des Pyknometers controlirte Westphal'sche Wage anzuwenden. Temperatur 15° C. [Vergleiche § 2, a u. b.]

Weingeist. Der Weingeistgehalt wird 50—100 ccm Wein durch die Destillationsmethode bestimmt. Die Weingeistmengen sind in der Weise anzugeben, dass gesagt wird: in 100 ccm Wein bei 15° C. sind n Gramm Weingeist enthalten. Zur Berechnung dienen die Tabellen von Baumhauer oder von Hehner. [Vergleiche § 2, a α.]

(Auch die Mengen aller sonstigen Bestandtheile werden in der Weise angegeben, dass gesagt wird: in 100 ccm Wein bei 15° C. sind n Gramm enthalten.)

Extract. Zur Bestimmung desselben werden 50 ccm Wein, bei 15° C. gemessen, in Platinschalen (von 85 mm Durchmesser, 20 mm Höhe und 75 ccm Inhalt, Gewicht ca. 20 Gramm) im Wasserbade eingedampft und der Rückstand $2^1/_2$ Stunden im Wassertrockenschranke erhitzt. Von zuckerreichen Weinen (d. h. Weinen, welche über 0,5 Gramm Zucker in 100 ccm enthalten) ist eine geringere Menge nach entsprechender Verdünnung zu nehmen, sodass 1,0 bis höchstens 1,5 Gramm Extract zur Wägung gelangen. [Vergleiche § 4, a, α u. β.]

Glycerin. 100 ccm Wein (Süssweine, siehe unten) werden durch Verdampfen auf dem Wasserbade in einer geräumigen, nicht flachen Porzellanschale bis auf circa 10 ccm gebracht, etwas Quarzsand und Kalkmilch bis zur stark alkalischen Reaction zugesetzt und bis fast zur Trockne eingedampft. Den Rückstand behandelt man unter stetem Zerreiben mit 50 ccm Weingeist 96 Volumprocent, kocht ihn damit unter Umrühren auf dem Wasserbade auf, giesst die Lösung durch ein Filter ab und erschöpft das Unlösliche durch Behandeln mit kleinen Mengen desselben erhitzten Weingeistes, wozu in der Regel 50—150 ccm ausreichen, so dass das Gesammtfiltrat 100—200 ccm beträgt. Den weingeistigen Auszug verdunstet man im Wasserbade bis zur zähflüssigen Consistenz. (Das Abdestilliren der Hauptmenge des Weingeistes ist nicht ausgeschlossen.) Der Rückstand wird mit 10 ccm absolutem Weingeist aufgenommen, in einem verschliessbaren Gefäss mit 15 ccm Aether vermischt bis zur Klärung siehen gelassen und die klar abgegossene event. filtrirte Flüssigkeit in einem leichten, mit Glasstopfen verschliessbaren Wägegläschen vorsichtig eingedampft, bis der Rückstand nicht mehr leicht fliesst, worauf man noch eine Stunde im Wassertrockenschranke trocknet. Nach dem Erkalten wird gewogen. [Vergleiche § 15, a.]

Bei Süssweinen (über 5 Gramm Zucker in 100 ccm Wein) setzt man zu 50 ccm in einem geräumigen Kolben etwas Sand und eine hinreichende Menge pulverig-gelöschten Kalkes und erwärmt unter Umschütteln auf dem Wasserbade. Nach dem Erkalten werden 100 ccm Weingeist von 96 Volumprocent zugefügt, der sich bildende Niederschlag absetzen gelassen, letzterer von der Flüssigkeit durch Filtration getrennt und mit Weingeist von derselben Stärke nachgewaschen. Den Weingeist des Filtrats verdampft man und behandelt den Rückstand nach dem oben beschriebenen Verfahren. [Vergleiche § 15, b.]

Freie Säuren. (Gesammtmenge der sauer reagirenden

Bestandtheile des Weines.) Diese sind mit einer entsprechend verdünnten Normallauge (mindestens $^1/_3$ Normallauge) in 10 bis 20 ccm Wein zu bestimmen. Bei Anwendung von $^1/_{10}$ Normallauge sind mindestens 10 ccm Wein bei $^1/_3$ Normallauge 20 ccm zu verwenden. Es ist die Tüpfelmethode mit empfindlichem Reagenspapier zur Feststellung des Neutralisationspunktes zu empfehlen. Erheblichere Mengen von Kohlensäure im Wein sind vorher durch Schütteln zu entfernen. [Vergleiche § 5.]

Die »freien Säuren« sind als Weinsteinsäure ($C_4 H_6 O_6$) zu berechnen und anzugeben. [Vergleiche § 5, S. 35.]

Flüchtige Säuren. Dieselben sind durch Destillation im Wasserdampfstrom und nicht indirect zu bestimmen und als Essigsäure ($C_2 H_4 O_2$) anzugeben. [Vergleiche § 6.]

Die Menge der »nichtflüchtigen Säuren« findet man, indem man die der Essigsäure äquivalente Menge Weinsteinsäure von dem für die »freien Säuren« gefundenen, als Weinsteinsäure berechneten Werth abzieht. [Vergleiche § 6.]

Weinstein und freie Weinsteinsäure. a) Qualitative Prüfung auf freie Säure: Man versetzt zur Prüfung eines Weines auf freie Weinsteinsäure 20—30 ccm Wein mit gefälltem und dann feingeriebenen Weinstein, schüttelt wiederholt, filtrirt nach einer Stunde ab, setzt zur klaren Lösung 2 bis 3 Tropfen einer 20procentigen Lösung von Kaliumacetat und lässt die Flüssigkeit 12 Stunden stehen. Das Schütteln und Stehenlassen muss bei möglichst gleichbleibender Temperatur stattfinden. Bildet sich während dieser Zeit ein irgend erheblicher Niederschlag, so ist freie Weinsteinsäure zugegen und unter Umständen die quantitative Bestimmung dieser und des Weinsteins nöthig.

b) Quantitative Bestimmung des Weinsteins und der freien Weinsteinsäure: In 2 verschliessbaren Gefässen werden je 20 ccm Wein mit 200 ccm Aether-Alkohol (gleiche Volumia) gemischt, nachdem der einen Probe 2 Tropfen einer 20procentigen Lösung von Kaliumacetat (entsprechend etwa 0,2 Gramm Weinsteinsäure)

zugesetzt worden waren. Die Mischungen werden stark geschüttelt und dann 16—18 Stunden bei niedriger Temperatur (zwischen 0 bis 10° C.) stehen gelassen, die Niederschläge abfiltrirt, mit Aether Alkohol ausgewaschen und titrirt. Es ist zweckmässig, die Ausscheidung durch Zusatz von Quarzsand zu fördern. (Die Lösung von Kaliumacetat muss neutral oder sauer sein. Der Zusatz einer zu grossen Menge von Kalumacetat kann verursachen, dass sich weniger Weinstein abscheidet.) [Vergleiche § 7.]

Der Sicherheit wegen ist zu prüfen, ob nicht in dem Filtrat von der Gesammtweinsteinsäure-Bestimmung durch Zusatz weiterer 2 Tropfen Kaliumacetats von Neuem ein Niederschlag entsteht.

In besonderen Fällen empfiehlt es sich, zur Kontrole die folgende von Nessler und Barth angegebene Methode anzuwenden:

»50 ccm Wein werden zur Consistenz eines dünnen Syrups eingedampft (zweckmässig unter Zusatz von Quarzsand), der Rückstand in einen Kolben gebracht, mit jeweils geringen Mengen Weingeist von 96 Volumprocent und nöthigenfalls mit Hülfe eines Platinspatels sorgfältig Alles aus der Schale in den Kolben nachgespült und unter Umschütteln weiter Weingeist hinzugefügt, bis die gesammte zugesetzte Weingeistmenge 100 ccm beträgt. Man lässt verkorkt etwa 4 Stunden an einem kalten Ort stehen, filtrirt dann ab, spült den Niederschlag und wäscht das Filter mit Weingeist von 96 Volumprocent aus; das Filter gibt man in den Kolben mit dem zum Theil flockig-klebrigen, zum Theil krystallinischen Niederschlag zurück, versetzt mit etwa 30 ccm warmen Wassers, titrirt nach dem Erkalten die wässerige Lösung des Weingeistniederschlags und berechnet die Acididät als Weinstein. Das Resultat fällt etwas zu hoch aus, wenn zähklumpige sich ausscheidende Pektinkörper mechanisch geringe Mengen gelöster freier Säure einschliessen. [Vergleiche § 7.]

Im weingeistigen Filtrat wird der Alkohol verdampft, 0,5 ccm einer 20procentigen, mit Essigsäure bis zur deutlich sauren Reaction angesäuerten Lösung von Kaliumacetat zugesetzt und dadurch in wässeriger Flüssigkeit die Weinsteinbildung aus der im Weine vorhandenen freien Weinsteinsäure erleichtert. Das Ganze wird nun wie der erste Eindampfrückstand unter Verwendung von (Quarzsand und) Weingeist von 96 Volumprocent zum Nachspülen sorgfältig in einen Kolben gebracht, die Weingeistmenge zu 100 ccm ergänzt, gut umgeschüttelt, verkorkt etwa 4 Stunden kalt stehen gelassen, abfiltrirt, ausgewaschen, der Niederschlag in warmem Wasser gelöst, titrirt und für 1 Aequivalent Alkali 2 Aequivalente Weinsteinsäure in Rechnung gebracht. [Vergleiche § 8.]

Diese Methode zur Bestimmung der freien Weinsteinsäure hat vor der ersteren den Vorzug, dass sie frei von allen Mängeln einer Differenzbestimmung ist.«

Die Gegenwart erheblicher Mengen von Sulfaten beeinträchtigt den Werth der Methoden. [Vergleiche S. 41.]

Aepfelsäure, Bernsteinsäure, Citronensäure. Methoden zur Trennung und quantitativen Bestimmung der Aepfelsäure, Bernsteinsäure und Citronensäure können zur Zeit nicht empfohlen werden. [Vergleiche die §§ 9, 10, 11, 12.]

Salicylsäure. Zum Nachweise derselben sind 100 ccm Wein wiederholt mit Chloroform auszuschütteln; das Chloroform ist zu verdunsten und die wässerige Lösung des Verdampfungsrückstandes mit stark verdünnter Eisenchloridlösung zu prüfen. Zum Zweck der annähernd quantitativen Bestimmung genügt es, den beim Verdunsten des Chloroforms verbleibenden Rückstand, der nochmals aus Chloroform umzukrystallisiren ist, zu wägen. [Vergleiche § 28.]

Gerbstoff. Falls eine quantitative Bestimmung des Gerbstoffes (eventuell des Gerb- und Farbstoffes) erforderlich erscheint,

ist die Neubauer'sche Chamäleonlösung anzuwenden. [Vergleiche § 31, A.]

In der Regel genügt folgende Art der Beurtheilung des Gerbstoffgehaltes: In 100 ccm Wein werden, wenn nöthig, mit titrirter Alkaliflüssigkeit die freien Säuren bis auf 0,5 Gramm in 100 ccm abgestumpft. Sodann fügt man 1 ccm einer 40 procentigen Natriumacetatlösung und zuletzt tropfenweise unter Vermeidung eines Ueberschusses 10 procentige Eisenchloridlösung hinzu. 1 Tropfen der Eisenchloridlösung genügt zur Ausfällung von je 0,05 % Gerbstoff. (Junge Weine werden durch wiederholtes energisches Schütteln von der absorbirten Kohlensäure befreit.) [Vergleiche § 31, B.]

Farbstoffe. Rothweine sind stets auf Theerfarbstoffe zu prüfen. Schlüsse auf die Anwesenheit anderer fremder Farbstoffe aus der Farbe von Niederschlägen und anderen Farbenreactionen sind nur ausnahmsweise als sicher zu betrachten. [Vergleiche § 32, A.]

Zur Ermittelung der Theerfarbstoffe ist das Ausschütteln von 100 ccm Wein mit Aether vor und nach dem Uebersättigen mit Ammoniak zu empfehlen. Die ätherischen Ausschüttelungen sind getrennt zu prüfen. [Vergleiche § 32, B.]

Zucker. Der Zucker ist nach Zusatz von Natriumcarbonat nach der Fehling'schen Methode unter Benutzung getrennter Lösungen und bei zuckerreichen Weinen (d. h. Weinen, die über 0,5 Gramm Zucker in 100 ccm enthalten) unter Berücksichtigung der von Soxhlet beziehungsweise Allihn angegebenen Modificationen zu bestimmen und als Traubenzucker zu berechnen. Stark gefärbte Weine sind bei niederem Zuckergehalt mit gereinigter Thierkohle, bei hohem Zuckergehalt mit Bleiessig zu entfärben und dann mit Natriumcarbonat zu versetzen. [Vergleiche § 14, 1 u. 2.]

Deutet die Polarisation auf Vorhandensein von Rohrzucker hin (vergl. unter: Polarisation), so ist der Zucker nach der In-

version der Lösung (Erhitzen mit Salzsäure) in der angeführten Weise nochmals zu bestimmen. Aus der Differenz ist der Rohrzucker zu berechnen.

Polarisation.

1. Bei Weissweinen: 60 ccm Wein werden in einem Maasscylinder mit 3 ccm Bleiessig versetzt und der Niederschlag abfiltrirt. Zu 30 ccm des Filtrates setzt man 1,5 ccm einer gesättigten Lösung von Natriumcarbonat, filtrirt nochmals und polarisirt das Filtrat. Man erhält hierdurch eine Verdünnung von 10 : 11, die Berücksichtigung finden muss.
2. Bei Rothweinen: 60 ccm Wein werden mit 6 ccm Bleiessig versetzt und zu 30 ccm des Filtrates 3 ccm der gesättigten Natriumcarbonatlösung gegeben, nochmals filtrirt und polarisirt. Man erhält hierdurch eine Verdünnung von 5 : 6.

Die obigen Verhältnisse (bei Weiss- und Rothweinen) sind so gewählt, dass das letzte Filtrat ausreicht, um die 220 mm lange Röhre des Wild'schen Polaristrobometers, dessen Capacität ca. 28 ccm beträgt, zu füllen.

An Stelle des Bleiessigs können auch möglichst kleine Mengen von gereinigter Thierkohle verwendet werden. In diesem Falle ist ein Zusatz von Natriumcarbonat nicht erforderlich, auch wird das Volumen des Weines nicht verändert.

Beobachtet man bei der Polarisation einer Schicht des unverdünnten Weines von 220 mm Länge eine stärkere Rechtsdrehung als 0,3° Wild, so wird folgendes Verfahren nothwendig:

210 ccm des Weines werden in einer Porzellanschale unter Zusatz von einigen Tropfen einer 20procentigen Kaliumacetatlösung auf dem Wasserbade zum dünnen Syrup eingedampft. Zu dem Rückstande setzt man unter beständigem Umrühren nach und nach 200 ccm Weingeist von 90 Volumprocent. Die weingeistige Lösung wird, wenn vollständig geklärt, in einen Kolben

abgegossen oder filtrirt und der Weingeist bis auf ungefähr 5 ccm abdestillirt oder abgedampft.

Den Rückstand versetzt man mit etwa 15 ccm Wasser und etwas in Wasser aufgeschwemmter Thierkohle, filtrirt in einen kleinen graduirten Cylinder und wäscht so lange mit Wasser nach, bis das Filtrat 30 ccm beträgt.

Zeigt dasselbe bei der Polarisation jetzt eine Drehung von mehr als + 0,5° Wild, so enthält der Wein die unvergährbaren Stoffe des käuflichen Kartoffelzuckers (Amylin).

Wurde bei der Prüfung auf Zucker mit Fehling'scher Lösung mehr als 0,3 Gramm Zucker in 100 ccm gefunden, so kann die ursprünglich durch Amylin hervorgebrachte Rechtsdrehung durch den linksdrehenden Zucker vermindert worden sein; obige Alkoholfällung ist in diesem Fall auch dann vorzunehmen, wenn die Rechtsdrehung geringer ist als 0,3° Wild. Der Zucker ist aber vorher durch Zusatz reiner Hefe zum Vergähren zu bringen.

Bei sehr erheblichem Gehalt an (Fehling'sche Lösung) reducirendem Zucker und verhältnissmässig geringer Linksdrehung kann die Verminderung der Linksdrehung durch Rohrzucker oder Dextrine oder durch Amylin hervorgerufen sein. Zum Nachweis des ersteren wird der Wein durch Erhitzen mit Salzsäure (auf 50 ccm Wein 5 ccm verdünnte Salzsäure vom specifischen Gewichte 1,10) invertirt und nochmals polarisirt. Hat die Linksdrehung zugenommen, so ist das Vorhandensein von Rohrzucker nachgewiesen. Die Anwesenheit der Dextrine findet man, wie bei Abschnitt »Gummi« angegeben. Bei Gegenwart von Rohrzucker ist dem Weine möglichst reine, ausgewaschene Hefe zuzusetzen und nach beendeter Gährung zu polarisiren. Die Schlussfolgerungen sind dann dieselben wie bei zuckerarmen Weinen.

Zur Polarisation sind nur grosse, genaue Apparate zu benutzen.

Die Drehung ist nach Landolt auf Wild'sche Grade umzurechnen:

1° Wild = 4,6043° Soleil,
1° Soleil = 0,217189° Wild,
1° Wild = 2,89005° Ventzke,
1° Ventzke = 0,346015° Wild.

[Vergleiche § 13.]

Gummi (arabisches). Zur Ermittelung eines etwaigen Zusatzes von Gummi versetzt man 4 ccm Wein mit 10 ccm Weingeist von 96 Volumprocent. Bei Anwesenheit von Gummi wird die Mischung milchig trübe und klärt sich erst nach vielen Stunden. Der entstehende Niederschlag haftet zum Theil an den Wandungen des Glases und bildet feste Klümpchen. In echtem Weine entstehen nach kurzer Zeit Flocken, welche sich bald absetzen und ziemlich locker bleiben. Zur näheren Prüfung empfiehlt es sich, den Wein zur Syrupdicke einzudampfen, mit Weingeist von obiger Stärke auszuziehen und den unlöslichen Theil in Wasser zu lösen. Man versetzt diese Lösung mit etwas Salzsäure (vom specifischen Gewicht 1,10), erhitzt unter Druck zwei Stunden lang und bestimmt dann den Reductionswerth mit Fehling'scher Lösung unter Berechnung auf Dextrose. Bei echten Weinen erhält man auf diese Weise keine irgend erhebliche Reduction. (Dextrine würden auf dieselbe Weise zu ermitteln sein.) [Vergleiche § 30.]

Mannit. Da man in einigen Fällen das Vorkommen von Mannit im Weine beobachtet hat, so ist beim Auftreten von spiessförmigen Krystallen im Extract und Glycerin auf Mannit Rücksicht zu nehmen. [Vergleiche § 15, Anmerkung.]

Stickstoff. Bei der Bestimmung des Stickstoffs ist die Natronkalk-Methode anzuwenden. [Vergleiche § 24.]

Mineralstoffe. Zur Bestimmung derselben werden 50 ccm Wein angewandt. Findet eine unvollständige Verbrennung statt, so wird die Kohle mit etwas Wasser ausgelaugt und für sich

verbrannt. Die Lösung dampft man in der gleichen Schale ein und glüht die Gesammtmenge der Asche schwach. [Vergleiche § 16.]

Chlorbestimmung. Der Wein wird mit Natriumcarbonat übersättigt, eingedampft, der Rückstand schwach geglüht und mit Wasser erschöpft. In dieser Lösung ist das Chlor titrimetrisch nach Volhard oder auch gewichtsanalytisch zu bestimmen. [Vergleiche § 18.]

Weine, deren Asche durch einfaches Glühen nicht weiss wird, enthalten in der Regel erhebliche Mengen von Chlor (Kochsalz).

Schwefelsäure. Diese ist im Wein direct mit Baryumchlorid zu bestimmen. Die quantitative Bestimmung der Schwefelsäure ist nur dann auszuführen, wenn die qualitative Prüfung auf ein Vorhandensein anormaler Mengen derselben schliessen lässt. (Bei schleimigen oder stark trüben Weinen ist die vorherige Klärung mit spanischer Erde zu empfehlen.) [Vergleiche § 17.]

Kommt es in einem besonderen Falle darauf an, zu untersuchen, ob freie Schwefelsäure oder Kaliumbisulfat vorhanden, so muss der Beweis geliefert werden, dass mehr Schwefelsäure zugegen ist, als sämmtliche Basen zur Bildung neutraler Salze erfordern.

Phosphorsäure. Bei Weinen mit nicht deutlich alkalisch reagirender Asche ist die Bestimmung in der Weise auszuführen, dass der Wein mit Natriumcarbonat und Kaliumnitrat eingedampft, der Rückstand schwach geglüht und mit verdünnter Salpetersäure aufgenommen wird; alsdann ist die Molydänmethode anzuwenden. Reagirt die Asche erheblich alkalisch, so kann die salpetersaure Lösung derselben unmittelbar zur Phosphorsäurebestimmung verwendet werden. [Vergleiche § 19, a.]

Die übrigen Mineralstoffe des Weines (auch eventuell Thonerde) sind in der Asche beziehungsweise dem Verkohlungsrückstande nach bekannten Methoden zu bestimmen. [Vergleiche die §§ 20, 21, 22, 23.]

Schweflige Säure. Es werden 100 ccm Wein im Kohlensäurestrome nach Zusatz von Phosphorsäure abdestillirt. Zur Aufnahme des Destillates werden 5 ccm Normal-Jodlösung vorgelegt. Nachdem das erste Drittel abdestillirt ist, wird das Destillat, welches noch Ueberschuss von freiem Jod enthalten muss, mit Salzsäure angesäuert, erwärmt und mit Baryumchlorid versetzt. [Vergleiche § 27.]

Verschnitt von Traubenwein mit Obstwein. Der chemische Nachweis des Verschnittes von Traubenwein mit Obstwein ist nach den bis jetzt vorliegenden Erfahrungen nur ausnahmsweise mit Sicherheit zu führen. Namentlich sind alle auf einzelne Reactionen sich stützenden Methoden, Obstwein vom Traubenwein zu unterscheiden, trüglich; auch kann nicht immer aus der Abwesenheit von Weinsteinsäure oder aus der Anwesenheit geringer Mengen derselben, mit Gewissheit geschlossen werden, dass ein Wein kein Traubenwein sei.

Bei der Darstellung von Kunstwein, beziehungsweise als Zusatz zu Most oder Wein werden erfahrungsgemäss neben Wasser zuweilen folgende Substanzen verwendet:

Weingeist (direct oder in Form gespriteter Weine),
Rohrzucker, Stärkezucker und zuckerreiche Stoffe (Honig),
Weinstein, Weinsteinsäure, andere Pflanzensäuren und solche enthaltende Stoffe,
Salicylsäure,
Mineralstoffe,
arabisches Gummi,
Gerbsäure und gerbstoffhaltige Materialien (z. B. Kino, Catechu),
Fremde Farbstoffe,
Aetherarten und Aromata.

Die Bestimmung, beziehungsweise der Nachweis der meisten dieser Substanzen ist oben bereits angegeben worden, mit Ausnahme der Aromata und Aetherarten, für welche Methoden vorläufig noch nicht empfohlen werden können.

Speciell sind hier noch folgende Substanzen zu erwähnen, welche zur Vermehrung des Zuckers, Extractes und der freien Säuren Verwendung finden:

Dörrobst,
Tamarinden,
Johannisbrod,
Datteln,
Feigen.

II. Abtheilung.

Beurtheilung der Weine auf Grund der chemischen Analyse.

In den Motiven zum »Gesetzentwurf betreffend den Verkehr mit Nahrungsmitteln, Genussmitteln und Gebrauchsgegenständen vom 14. Mai 1879« ist der Hauptinhalt, das Capitel »Wein« betreffend, in folgenden Sätzen zusammengefasst:

1. Der Name »Wein« schlechthin darf nur einem Getränke gegeben werden, welches ohne jeden Zusatz aus Traubensaft durch alkoholische Gährung bereitet worden ist.

2. Die Darstellung von Wein nach den Methoden, welche Chaptalisiren, Gallisiren, Petiotisiren genannt werden, ist erlaubt, doch nur unter der Bedingung, dass ein so bereiteter Wein nicht für Naturwein ausgegeben und beim Verkaufe mit einem unterscheidenden Namen belegt wird, welcher das Verfahren, nach welchem der Wein bereitet worden ist, klar erkennen lässt.

Die Verwendung von einem gesundheitsschädliche Stoffe enthaltenden Stärkezucker beim Chaptalisiren, Gallisiren und Petiotisiren ist unzulässig.

NB. Der chemische Nachweis des Chaptalisirens, Gallisirens und Petiotisirens kann nur dann direct geliefert werden, wenn unreiner, unvergährbare Stoffe enthaltender Stärkezucker verwandt worden ist. Wurde reiner Stärkezucker oder Rohrzucker ver-

wandt, so kann der Nachweis nur auf indirektem Wege versucht und nicht immer mit Sicherheit geliefert werden.

3. Das Ueberführen weisser Weine in rothe, durch Verwendung fremder Farbstoffe ist als eine Handlung zu betrachten, welche bezweckt, den Wein unter einem, seiner wahren Beschaffenheit nicht entsprechenden Namen zu verkaufen.

Bei Verwendung schädlicher Farbstoffe wird die Handlung gesundheitsgefährlich. Der Nachweis der Färbung mit fremden Farbstoffen kann geliefert werden.

4. Das Versetzen des Weines mit Aetherarten, riechenden Essenzen, Glycerin und ähnlichen Stoffen, welche bestimmt sind, dem Weine den Anschein einer besseren Beschaffenheit zu verleihen, ist unzulässig. Bei Verwendung schädlicher Stoffe werden solche Manipulationen gesundheitsgefährlich. Der Nachweis solcher Zusätze kann in der Regel geliefert werden.

5. Das Versetzen des Mostes oder Weines mit Gyps, Alaun oder Bleisalzen ist gesundheitsgefährlich. Der Nachweis solcher Zusätze ist leicht zu liefern.

6. Zur Conservirung des Weines ist das Pasteurisiren zu empfehlen. Zusatz von schwefeliger Säure durch Aufbrennen der Fässer mit Schwefel ist nur in beschränktem Maasse und unter Verwendung arsenikfreien Schwefels zu gestatten. Ob Salicylsäure bei dauerndem Genuss gesundheitsgefährlich wirkt, ist durch weitere Untersuchungen zu entscheiden.

7. Flüssigkeiten, welche bisher unter dem Namen »Wein« in den Handel gebracht wurden und welche durch Vermischen von Wasser mit Weingeist, Zucker, Weinstein, Aetherarten, riechenden Essenzen etc. hergestellt sind, dürfen (mag denselben ein Zusatz von Wein gegeben worden sein oder nicht) nicht als Wein, sondern müssen unter anderen, bestimmt unterscheidenden Namen verkauft werden, in ähnlicher Weise wie dieses bei Punsch u. s. w. der Fall ist.

Nach dem Vorstehenden hat man bei der Beurtheilung von Weinen auf Grund der chemischen Analyse folgende Fragen zu beantworten:

1. Sind Stoffe in dem Weine enthalten, welche den reinen Naturweinen nicht eigen sind?
2. Enthält der Wein Stoffe, welche die menschliche Gesundheit schädigen können oder ist der Wein als solcher gesundheitsschädlich?
3. Ist die quantitative Zusammensetzung des Weines eine solche, wie sie reine Naturweine zeigen, oder weicht dieselbe von derjenigen reiner Naturweine ab und in welchen Bestandtheilen?
4. Welche Manipulationen sind eventuell mit dem Weine vorgenommen worden?

Frage 1.

1. Sind Stoffe in dem Weine enthalten, welche den reinen Naturweinen nicht eigen sind?

Als nicht normale Weinbestandtheile, die aber zuweilen in Weinen angetroffen werden, sind zu nennen: Blei, Kupfer, Zinn, Zink, Arsen, Salicylsäure, Borsäure, fremde Farbstoffe, schwefelige Säure, die unvergährbaren Stoffe des käuflichen Kartoffelzuckers, Rohrzucker, Schwefelwasserstoff, arabisches Gummi, Dextrin und Salpetersäure.

Blei, Kupfer, Zinn und Zink können in den Wein gelangen durch die Gefässe und Geräthschaften, welche bei den verschiedenen Manipulationen der Weinbereitung Verwendung finden.

In früherer Zeit wurde auch wohl dem Weine direkt Bleizucker zugesetzt.

Flaschenweine können dadurch bleihaltig werden, dass von den zum Schwenken der Flaschen häufiger verwandten Schrot-

körnchen einige in den Flaschen zurückbleiben und durch die Säuren des Weines angegriffen werden.

Arsen, wenn wir von einem absichtlichen Zusatze absehen, kann in den Wein gelangen durch das Schwefeln der Fässer mit arsenhaltigen Schwefelschnitten oder wie dies in letzter Zeit in Frankreich beobachtet worden ist, durch stark arsenhaltige Schwefelsäure mit der die Fässer behufs Reinigung ausgeschwenkt wurden.

Nachweis siehe § 25.

Salicylsäure und Borsäure werden zum Zwecke der Conservirung als solche oder in Präparaten dem Weine direct zugesetzt.

Nachweis siehe § 28 und § 29.

Fremde Farbstoffe finden Verwendung entweder um aus Weissweinen Rothweine darzustellen oder um die Farbe von Rothweinen zu erhöhen.

Nachweis siehe § 32.

Schwefelige Säure gelangt durch das übliche Schwefeln, oder durch Zusatz von Calciumbisulfit in den Wein.

Nachweis siehe § 27.

Die unvergährbaren Stoffe des käuflichen Kartoffelzuckers kommen in den Wein durch Zusatz von Kartoffelzucker zum Most oder Wein.

Der Kartoffelzucker, auch künstlicher »Traubenzucker« genannt, enthält gewisse Stoffe »Amylin«, welche bei der Gährung nicht mitvergähren, sondern in dem Weine zurückbleiben.

Nachweis siehe § 13.

Rohrzucker ist bis jetzt in Naturweinen noch nicht aufgefunden worden.

Enthält ein Wein Rohrzucker, so wurde derselbe dem Weine künstlich zugesetzt und zwar nach der Gährung, da vor der Gährung zugesetzter Rohrzucker durch dieselbe in rechts- und linksdrehenden Zucker gespalten wird.

Nachweis siehe § 13.

Schwefelwasserstoff kann, wie schon früher angegeben, von dem Boden herrühren, auf welchem der Wein gewachsen ist. Auch durch Abtropfen von Schwefel beim Einbrennen der Fässer und ein längeres Verbleiben desselben im Wein kann Schwefelwasserstoffbildung hervorgerufen werden. Zuweilen werden auch eiserne Schrauben der Fassthürchen im Innern mit Schwefel ausgegossen, damit der Wein nicht mit Eisen in Berührung kommt, und ist auch hierdurch zur Bildung von Schwefelwasserstoff Gelegenheit gegeben.

Nachweis siehe § 26.

Arabisches Gummi und Dextrin werden dem Wein zuweilen direct zugesetzt, um den Extractgehalt zu erhöhen.

Nachweis siehe § 30.

Salpetersäure kann in den Wein gelangen, wenn bei dessen Darstellung Brunnen- oder Flusswasser Verwendung fand, welches Nitrate enthält.

Nachweis siehe § 33.

Frage 2.

Enthält der Wein Stoffe, welche die menschliche Gesundheit schädigen können oder ist der Wein als solcher gesundheitsschädlich?

Diese Frage, welche häufiger an den Chemiker herantritt, kann nicht in allen Fällen von demselben beantwortet werden. Der Chemiker hat nur darüber Auskunft zu geben, wie die Weine zusammengesetzt sind; ob dieselben in solcher Zusammensetzung »gesundheitsschädlich« wirken können, steht seiner Beurtheilung nicht zu, sondern liegt in der Competenz des Arztes. Ausgenommen sind natürlich die Fälle, bei welchen wirkliche »Gifte« in relativ erheblicher Menge nachgewiesen werden können.

Nachweis von Arsen und Metallgiften siehe § 25.

Frage 3.

Ist die quantitative Zusammensetzung des Weins eine solche, wie sie reine Naturweine zeigen, oder weicht dieselbe von derjenigen reiner Naturweine ab?

Zur Beantwortung dieser Frage ist es nothwendig, die Zusammensetzung reiner Naturweine zu kennen, um die bei der Analyse gefundenen Zahlen vergleichen zu können.

Wenn auch die Weine je nach Jahrgang, Lage, Bodenbeschaffenheit und Traubensorte in ihrer Zusammensetzung verhältnissmässig grossen Schwankungen unterworfen sind, so lassen sich doch schon jetzt gewisse Normen feststellen, welche in den meisten Fällen gestatten, einen einigermaassen sicheren Schluss, ob ein Wein durch alleinige Gährung von reinem Traubensaft entstanden ist oder nicht, zu ziehen.

Im Anhange sind die Analysenresultate von einer Anzahl Naturweine, welche von R. Fresenius und dem Verfasser nach den beschriebenen Methoden ausgeführt worden sind, mitgetheilt, die zum Vergleiche dienen können.

Andere Analysen finden sich in J. König, »Die menschlichen Nahrungs- und Genussmittel.« 1. Theil.

Aus diesen Analysen lässt sich folgendes entnehmen:

1. Der Alkoholgehalt kann von 5 bis 14 Gramm in 100 ccm Wein schwanken.

Je reicher ein Wein an Alkohol ist, um so geringer ist in der Regel der Säuregehalt.

Bestimmung siehe § 3.

2. Der Extractgehalt beträgt bei Naturweinen gewöhnlich nicht unter 1,6 Gramm in 100 ccm, nur in einzelnen Fällen kann derselbe bis 1,5 Gramm herabgehen.

Ein oberer Grenzwerth lässt sich, die Süssweine eingerechnet, nicht feststellen; für unsere gewöhnlichen ausgegohrenen Weine wird derselbe 3 Gramm in 100 ccm nur sehr selten übersteigen.

Wenn man von dem Extract den Gehalt an freier Säure, auf Weinsäure berechnet, in Abzug bringt, so muss nach den Beobachtungen von Nessler und Barth[1]) bei reinen Naturweinen noch ein Extractrest von 10 °/oo bleiben. Bei einem bedeutenden Gehalt an flüchtiger Säure kann der Extractrest auch kleiner als 10 °/oo sein, doch bleibt bei solchen Weinen, wenn man die nichtflüchtige Säure vom Extracte abzieht, mindestens ein Extractrest von 11 °/oo.

Bestimmung siehe § 4.

3. Der Gehalt an freier Säure kann grossen Schwankungen unterworfen sein. Unter 0,45 Gramm in 100 ccm wird wohl nur in ganz seltenen Fällen ein Wein enthalten. Der Gehalt an freier Säure kann aber bis 1,5 Gramm in 100 ccm, und in sehr geringen Jahrgängen noch höher steigen. Je höher derselbe ist, um so geringer ist auch in weitaus den meisten Fällen der Gehalt an Alkohol, da säurereiche Moste in der Regel arm an Zucker sind.

Bestimmung siehe § 5.

4. Flüchtige Säuren (Essigsäure) sind in jedem Wein in geringer Menge enthalten, grössere Quantitäten 0,2 Gramm und mehr nur in Weinen, welche einen sog. Essigstich besitzen, d. h. bei denen ein Theil des Alkohols in Essigsäure übergegangen ist. Rothweine, welche längere Zeit auf den Trestern gegohren haben, enthalten häufiger eine grössere Menge an flüchtiger Säure.

Bestimmung siehe § 6.

5. Der Gehalt an Weinstein beträgt im Mittel 0,2 Gramm in 100 ccm. Ein Wein kann aber bedeutend ärmer an Weinstein sein, da beim Lagern der Weine bei niederer Temperatur der Weinstein zum Theil krystallinisch ausgeschieden und später bei höherer Temperatur nicht wieder aufgelöst wird. Ein geringer Weinsteingehalt ist deshalb nicht immer als ein

[1]) Zeitschrift für analyt. Chemie, **21**, 43 u. 198.

Zeichen für die Unächtheit eines Weines anzusehen. Obstweine enthalten gar keinen Weinstein.

Bestimmung siehe § 7.

6. Freie Weinsäure ist nur in geringer Menge in reinen Naturweinen enthalten, und kann dieselbe zwischen 0 und 0,19 Gramm in 100 ccm schwanken. Ein bedeutend höherer Gehalt an freier Weinsäure ist immer verdächtig. Nach Nessler und Barth[1]) beträgt die Menge der freien Weinsäure nie mehr als $^1/_6$ der vorhandenen nichtflüchtigen Säure.

Bestimmung siehe § 8.

7. Citronensäure ist im Weine nur in äusserst geringer Menge, ungefähr 0,003 Gramm in 100 ccm, enthalten.

Bestimmung siehe § 9.

8. Aepfelsäure kommt besonders in Weinen geringer Jahrgänge in grösserer Menge vor. R. Kayser fand 0,272 bis 0,396 Gramm in 100 ccm.

Bestimmung siehe §§ 10 u. 12.

9. Bernsteinsäure ist in jedem Naturweine in geringer Menge vorhanden, da sich bei der alkoholischen Gährung neben Alkohol und Glycerin immer Bernsteinsäure bildet.

Bestimmung siehe §§ 11 u. 12.

10. Der Gehalt an Mineralstoffen beträgt bei reinen Naturweinen nie weniger als 0,14 Gramm in 100 ccm und nie mehr als 0,35 Gramm in 100 ccm.

Bestimmung siehe § 16.

Für die einzelnen Mineralbestandtheile hat man bis jetzt folgende Grenzwerthe feststellen können:

100 ccm enthalten Gramme:	Maxima.	Minima.
Kali	0,139	0,056
Natron	0,015	0,004
Kalk	0,037	0,003
Magnesia	0,029	0,013

[1]) Zeitschrift für analyt. Chemie, **21**, 61.

	Maxima.	Minima.
Phosphorsäure . . .	0,077	0,018
Chlor	0,009	0,002
Schwefelsäure (SO_3) .	0,082	0,020

Bestimmungen siehe §§ 17—23.

11. Der Glyceringehalt ist von dem Alkoholgehalte abhängig und beträgt bei reinen Naturweinen, auf 100 Theile Alkohol berechnet, nie weniger als 7 Theile. Als Maximum wurde bis jetzt ein Verhältniss von 100 Theilen Alkohol zu 14,4 Theilen Glycerin beobachtet. Im Mittel ist das Verhältniss 100 Theile Alkohol : 10 Theilen Glycerin.

Bestimmung siehe § 15.

Frage 4.

Welche Manipulationen sind eventuell mit dem Weine vorgenommen worden?

Zur Beantwortung dieser Frage ist es nothwendig, die in der Weintechnik üblichen Manipulationen,[1] sowie die Veränderungen, welche Naturweine hierdurch erleiden, zu besprechen und kann man dieselben eintheilen:

A. In Methoden, welche eine Verbesserung bezwecken sollen, ohne eine wesentliche Vermehrung. Das Entsäuern, Scheelisiren, Alkoholisiren, Gypsen.

B. In Methoden, bei denen eine bedeutendere Vermehrung vorgenommen wird. Das Gallisiren und Petiotisiren.

C. In Methoden, welche den Zweck haben, den Wein zu klären und zu conserviren.

---

[1]) Ausführliches hierüber siehe in C. Neubauer: »Chemie des Weines.« C. W. Kreidel's Verlag.

H. W. Dahlen: »Die Weinbereitung.« Verlag von Fr. Vieweg und Sohn. Braunschweig.

J. Nessler: »Behandlung des Weines.« Verlag von Eugen Ulmer. Stuttgart.

A. Methoden, welche eine Verbesserung bezwecken sollen.

1. Das Entsäuern.

Das Verfahren besteht darin, einem zu sauren Most einen Theil der Säure vermittelst Calciumcarbonats, Kali- und Natroncarbonats, Kalitartrats oder Magnesia zu entziehen und den fehlenden Zucker durch Zusatz von Rohrzucker zu ersetzen.

Durch diese Manipulation wird der Gehalt an Mineralstoffen, wie Kalk, Kali, Natron oder Magnesia nicht unbedeutend erhöht, da gerade in geringen Jahrgängen, in welchen die Weine einen sehr hohen Säuregehalt besitzen, die Säure zum grossen Theil aus Aepfelsäure besteht und die äpfelsauren Salze der genannten Basen in dem Weine gelöst bleiben.

2. Das Scheelisiren.

Der Wein erhält einen Zusatz von Glycerin. Ein Wein, welcher einen solchen Zusatz erhalten hat, wird bei der Analyse einen dem Alkoholgehalte gegenüber abnorm hohen Glyceringehalt ergeben.

3. Das Alkoholisiren.

Man setzt kleinen dünnen Weinen einige Procent Alkohol zu, um sie vor dem Verderben zu bewahren. Auch Moste werden schon mit Alkohol versetzt, um Zucker unvergohren im Weine zurückzuhalten, da bei einem gewissen Procentsatz an Alkohol die Gährung aufgehoben wird.

Fast alle Südweine, wie Port, Sherry u. s. w., welche noch einen hohen Zuckergehalt besitzen, haben einen directen Zusatz von Alkohol erhalten.

Durch die Analyse lässt sich ein solcher Zusatz erkennen, wenn das Verhältniss zwischen Alkohol und Glycerin ein abnormes ist und auf 100 Theile Alkohol weniger als 7 Theile Glycerin kommen. Zuweilen werden auch gewöhnliche Weine mit Alkohol versetzten Südweinen verschnitten und enthalten als-

dann solche Weine einen zum Glycerin nicht ganz in richtigem Verhältniss stehenden Alkohol.

4. Das Gypsen.

Dasselbe geschieht in Frankreich und südlichen Ländern, um die Farbe der Weine zu erhöhen, die Weine schneller zu klären und späteren Nachgährungen vorzubeugen. Die Trauben werden zu diesem Behufe mit nicht unbedeutenden Mengen von Gyps bestreut. Derselbe setzt sich mit dem Traubensafte um, es bildet sich Kaliumbisulfat, welches im Weine gelöst bleibt, während Calciumtartrat ausgeschieden wird. Ein abnorm hoher Gehalt an Schwefelsäure bei einem sehr niedrigen Gehalt an Weinstein lässt auf Gypszusatz schliessen. Die Asche kann bei stark gegypsten Weinen eine neutrale Reaction besitzen.

Der Kaligehalt ist bei solchen Weinen hoch, da Kalisalze aus den Schalen und dem Fleisch der Trauben aufgenommen werden.

In Frankreich ist der zulässige Gehalt an Schwefelsäure resp. Kaliumsulfat normirt und darf ein Wein im Liter nicht mehr als 2 Gramm Kaliumsulfat enthalten. In Deutschland ist eine solche Grenze gesetzlich nicht festgestellt, doch hat sich die Sachverständigen-Commission des Reichsgesundheitsamtes für die gleiche Grenzzahl ausgesprochen, vergl. S. 154.

B. Methoden, bei denen eine bedeutendere Vermehrung vorgenommen wird.

1. Das Gallisiren.

Der Most (oder Wein) wird bei diesem Verfahren mit Wasser versetzt, um den Säuregehalt zu verringern und Zucker zugesetzt, um den fehlenden zu ersetzen. Durch diese Manipulation wird unter Umständen eine bedeutende Vermehrung herbeigeführt.

Sowohl Kartoffelzucker als auch Rohrzucker findet hierzu Verwendung, doch wird ersterer in neuerer Zeit viel weniger

dazu gebraucht. Durch den Wasserzusatz werden die Mineralbestandtheile im Ganzen und Einzelnen, sowie der Extractgehalt, wenn Rohrzucker verwandt wurde, vermindert. Der Alkoholgehalt wird dagegen dem Glyceringehalte gegenüber in richtigem Verhältniss stehen, da sich bei der Gährung des Zuckers eine entsprechende Menge Glycerin bildet.

Wurde den so behandelten Weinen nachträglich Alkohol zugesetzt, wie dies häufig geschieht, so wird man in solchen Weinen ein abnormes Verhältniss zwischen Alkohol und Glycerin finden. Wurde Kartoffelzucker verwandt, so ergiebt sich ein solcher Zusatz bei der Polarisation; auch ist der Extractgehalt in diesem Falle durch die Gegenwart der unvergährbaren Stoffe des käuflichen Kartoffelzuckers verhältnissmässig hoch.

Wurden die Weine so sehr verdünnt, dass der Säuregehalt zu niedrig ist, so wird denselben zuweilen Weinsäure oder Citronensäure direct oder auch wohl in Form von Tamarinden zugesetzt. Die quantitative Bestimmung der betreffenden Säuren nach den §§ 8 u. 9 kann darüber Aufschluss geben. Zur Erhöhung des Extractgehaltes solcher Weine findet zuweilen arabisches Gummi oder Dextrin Verwendung.

Prüfung siehe § 30.

Auch wird zu stark gallisirten Weinen zur Erhöhung des Mineralstoffgehaltes Kochsalz zugesetzt und der Chlorgehalt hierdurch abnorm hoch. Bestimmung siehe § 18.

Wenn zum Verdünnen des Weines stark kochsalzhaltiges Brunnenwasser verwandt wurde, so kann der so behandelte Wein auch einen abnorm hohen Chlorgehalt zeigen.

Wurde ein Fluss- oder Brunnenwasser verwandt, welches Nitrate enthält, so lässt sich in dem hiermit dargestellten Wein Salpetersäure nachweisen.

Nachweis siehe § 33.

2. Das Pétiotisiren.

Das Verfahren, von dem Gutsbesitzer Pétiot zu Chaminy herrührend, wird in Frankreich in grossem Maasstabe betrieben. Man übergiesst die bereits abgekelterten Trester wiederholt mit Zuckerwasser, lässt zum Theil vergähren und mischt diese Weine mit dem ursprünglichen, aus den Trauben direct durch Keltern erhaltenen Most oder Wein; man lässt auch die Nachweine für sich vergähren und erhält alsdann die eigentlichen »Tresterweine.« Ein Theil des Zuckers wird auch zuweilen durch Alkohol ersetzt, so dass ein alkoholhaltiges Zuckerwasser zum Extrahiren der Trester verwandt wird.

Da die schliesslich erhaltenen Produkte in ihrer Zusammensetzung im Wesentlichen mit denjenigen nach der Gall'schen Methode bereiteten Weine übereinstimmen, so trifft auch Alles, was beim Gallisiren mitgetheilt wurde, bei petiotisirten Weinen zu. Die letzteren Weine enthalten nur gewöhnlich einen verhältnissmässig hohen Gehalt an Gerbstoff (Bestimmung siehe § 31), welcher durch das Vergähren auf den Trester aus letzteren aufgenommen wird. Durch das wiederholte Ausziehen der Trester mit Wasser gelangen auch eine grössere Menge von Mineralstoffen in die petiotisirten Weine, während dieselben einen geringen Extract- und Säuregehalt besitzen. Kam Alkohol bei der Darstellung mit zur Verwendung, so zeigen die Weine ein abnormes Verhältniss zwischen Alkohol und Glycerin. Wurde käuflicher Kartoffelzucker verwandt, so sind die unvergährbaren Stoffe desselben auch in diesen Weinen enthalten.

C. Methoden, welche den Zweck haben, den Wein zu klären und zu conserviren.

1. Das Schönen oder Klären.

Zum Schönen wird verwandt: Eiweiss, Gelatine, Hausenblase, mit oder ohne Zusatz von Gerbsäure (Tannin) oder auch

spanische Erde (Kaolin). Wenn die Schönungsmittel richtig angewandt werden, so bleibt von denselben nichts im Wein zurück; nur von der spanischen Erde wird ein sehr geringer Theil der Thonerde derselben von dem Weine aufgenommen. Wurde zu viel Gerbsäure verwandt, so kann auch diese den Gerbstoffgehalt des Weines erhöhen. Die Hausenblaseschöne wird zuweilen zum Zweck der Conservirung mit Kochsalz versetzt; es kann somit durch Verwendung von kochsalzhaltiger Schöne der Chlorgehalt des Weines etwas vergrössert werden.

2. Das Filtriren.

Zum Filtriren dienen verschiedenartige Filtrationsvorrichtungen, und wird der zu filtrirende Wein vor der Filtration häufiger mit Holzkohlenpulver versetzt. Enthält letzteres noch grössere Mengen von Kaliumcarbonat, so kann durch das Filtriren der Säuregehalt des Weines zum Theil abgestumpft werden und Kali in den Wein gelangen.

3. Das Schwefeln.

Wird das Schwefeln im Uebermaass vorgenommen, so kann der Schwefelsäuregehalt der Weine durch dasselbe bedeutend erhöht werden. Wurden arsenhaltige Schwefelschnitte verwandt, so kommt Arsenik in den Wein.

4. Salicylsäure- und Borsäurezusatz.

Zur Conservirung der Weine wird zuweilen Salicylsäure oder auch Borsäure verwandt. Ein solcher Zusatz ist nach § 28 und § 29 leicht nachzuweisen.

5. Das Pasteurisiren.

Das Verfahren besteht darin, Weine behufs Conservirung in geeigneten Apparaten bei Luftabschluss auf 60° C. zu erwärmen. Wird dasselbe nicht vorsichtig ausgeführt, so kann der Wein hierdurch einen »Kochgeschmack« annehmen.

Bei schlechter Beschaffenheit der Apparate werden die Metalltheile derselben durch die Säuren des Weines angegriffen, und kann auf diese Art leicht Metall von dem Weine aufgenommen werden.

Zum Schlusse mögen die von C. Neubauer auf der sechsten Versammlung des »Deutschen Vereins für öffentliche Gesundheitspflege zu Dresden am 7. September 1878«[1]) zur Discussion gestellten und von der Versammlung angenommenen Thesen hier einen Platz finden.

Dieselben lauten:

I. Der Name Wein kommt allein dem Getränke zu, welches entsteht, sobald man den Saft der Trauben nach den Regeln der Kunst und Wissenschaft vergähren und sich klären lässt.

a) Das in der Weintechnik übliche Schwefeln ist, sofern dasselbe mässig und mit arsenfreiem Schwefel ausgeführt wird, als kaum entbehrlich, zu gestatten. Ueber die Schädlichkeit des zu gleichem Zweck empfohlenen sauren schwefligsauren Kalkes, welches bei den damit gefütterten Thieren schweren Darmkatarrh erzeugt haben soll, sind weitere Untersuchungen dringend zu empfehlen.

b) Gegen die Anwendung der Gelatine, Hausenblase etc. zum Klären und Schönen des Weines ist nichts einzuwenden.

II. Das Versetzen des Mostes geringer oder schlechter Jahrgänge mit chemisch reinem Zucker ist nicht zu beanstanden. — Bei der Verwendung von unreinem Kartoffelzucker kommen immer fremde Bestandtheile in

---

[1]) Deutsche Vierteljahrsschrift für öffentliche Gesundheitspflege. Bd. XI. Heft 1.

den. Wein und ausserdem ist in diesem Falle die Bildung von Fuselölen (Amylalkohol) während der Gährung nicht unmöglich.

III. Das Alkoholisiren der Moste und Weine, sobald dasselbe in mässigen Grenzen bleibt und mit fuselfreiem Weingeist ausgeführt wird, dürfte kaum zu beanstanden sein, da im anderen Falle alle Südweine, wie Sherry, Portwein etc., die nie ohne Alkoholzusatz in den Handel kommen, gesetzlich zu verbieten wären.

IV. Das Entsäuren der Moste und Weine mit Kalk, Magnesia oder Kalisalzen kann nur in sehr beschränktem Maasse gestattet werden, da stets durch diese Manipulationen der normale Gehalt der Weine an Kalk, Magnesia oder Kali, durch die Bildung löslicher äpfelsaurer Salze, in sehr bedenklicher Weise gesteigert wird. Es würde sich empfehlen, den zulässigen Gehalt der Weine an Kalk, Magnesia und Kali gesetzlich in bestimmte Grenzen zu bringen.

V. Gegypste Weine (Frankreich, Spanien, Griechenland, Italien etc.) enthalten sehr oft ganz bedeutende Mengen von schwefelsaurem Kali und müssen beanstandet werden, sobald der Gehalt an diesem Salz eine gesetzlich festzustellende Grenze (in Frankreich 2 g im Liter) übersteigt.

VI. Die bis jetzt vorliegenden Untersuchungen über die physiologischen Wirkungen des Glycerins und der Salicylsäure reichen nicht hin, um die Verwendung dieser beiden Körper in der Weintechnik als unbedingt gesundheitsschädlich zu verbieten. Hierbei ist besonders zu berücksichtigen, dass das Glycerin, wie der Alkohol, ein normaler Bestandtheil ist, wovon jeder Wein, selbst der reinste, 6 bis 8 g im Liter enthält.

VII. Zusätze von Alaun und Schwefelsäure sind als gesundheitsschädlich gesetzlich zu verbieten.

VIII. Die künstliche Darstellung rother Weine aus weissen durch Zusatz fremder Farbstoffe, Tannin etc. ist, wie dies auch in anderen Ländern geschehen ist, gesetzlich zu verbieten. Selbst wenn die zur Verwendung kommenden Farbstoffe, wie Kirschen-, Heidelbeeren- und Malvenfarbe, unschädlich sind, so wird doch der Käufer derartiger Rothweine getäuscht und betrogen.

IX. Die mit Zusätzen von Zucker, Alkohol etc. versehenen Weine müssen, ebenso wie alle Kunstweine, beim Verkauf, auch beim Kleinverkauf in Wirthshäusern und Weinhandlungen, mit einem Namen belegt werden, welcher über die Art ihrer Bereitung keinen Zweifel lässt. Um dieses durchzusetzen, ist den agriculturchemischen Versuchsstationen, sowie den Laboratorien der Gesundheitsämter etc., die weitere Ausbildung der in der Weinchemie in Anwendung kommenden analytischen Methoden, sowie die Bearbeitung neuer, auf das Dringendste zu empfehlen.

X. Die Commission des Reichstages hat den § 9 der Gesetzvorlage über den Verkehr mit Nahrungsmitteln etc. mit dem Zusatz versehen »oder den bestehenden Handels- und Geschäftsgebräuchen zuwider mit dem Schein einer besseren Beschaffenheit versieht.«

Es sind in Betreff des Weines diese erlaubten Handels- und Geschäftsgebräuche auf das Bestimmteste zu normiren, widrigenfalls dieser Zusatz dazu angethan ist, der Weinfälschung etc. erst recht, und zwar unter dem Deckmantel des gesetzlichen Schutzes, Thür und Thor zu öffnen.

Nachtrag zur II. Abtheilung.

Die früher erwähnte Commission[1]) zur Vereinbarung einheitlicher Wein-Untersuchungsmethoden hat folgende

Anhaltspunkte für die Beurtheilung der Weine

aufgestellt.

I. a. Prüfungen und Bestimmungen, welche zum Zweck der Beurtheilung des Weines in der Regel auszuführen sind:

Extract,
Weingeist,
Glycerin,
Zucker,
freie Säuren überhaupt,
freie Weinsteinsäure qualitativ,
Schwefelsäure,
Gesammtmenge der Mineralbestandtheile,
Polarisation,
Gummi,
bei Rothweinen fremde Farbstoffe.

b. Prüfungen und Bestimmungen, welche ausserdem unter besonderen Verhältnissen auszuführen sind:

Specifisches Gewicht,
Flüchtige Säuren,
Weinstein und freie Weinsteinsäure, quantitativ,
Bernsteinsäure, Aepfelsäure, Citronensäure,
Salicylsäure,
Schweflige Säure,
Gerbstoff,
Mannit,
Einzelne Mineralbestandtheile,
Stickstoff.

---

[1]) Siehe Nachtrag zur I. Abtheilung, S. 122.

Die Commission hält es für wünschenswerth, bei der Mittheilung der in der Regel auszuführenden Bestimmungen obige (sub a. angeführte) Reihenfolge beizubehalten.

II. Die Commission kann es nicht als ihre Aufgabe betrachten, eine Anleitung zur Beurtheilung der Weine zu geben, glaubt aber auf Grund ihrer Erfahrungen auf folgende Punkte aufmerksam machen zu sollen.

Weine, welche lediglich aus reinem Traubensafte bereitet sind, enthalten nur in seltenen Fällen Extractmengen, welche unter 1,5 Gramm in 100 ccm liegen. Kommen somit extractärmere Weine vor, so sind sie zu beanstanden, falls nicht nachgewiesen werden kann, dass Naturweine derselben Lage und desselben Jahrganges mit so niederen Extractmengen vorkommen.

Nach Abzug der »nichtflüchtigen Säuren« beträgt der Extractrest bei Naturweinen nach den bis jetzt vorliegenden Erfahrungen mindestens 1,1 Gramm in 100 ccm, nach Abzug der »freien Säuren« mindestens 1,0 Gramm. Weine, welche geringere Extractreste zeigen, sind zu beanstanden, falls nicht nachgewiesen werden kann, dass Naturweine derselben Lage und desselben Jahrganges so geringe Extractreste enthalten.

Ein Wein, der erheblich mehr als 10% der Extractmenge an Mineralstoffen ergiebt, muss entsprechend mehr Extract enthalten, wie sonst als Minimalgehalt angenommen wird. Bei Naturweinen kommt sehr häufig ein annäherndes Verhältniss von 1 Gewichtstheil Mineralstoffe auf 10 Gewichtstheile Extract vor. Ein erhebliches Abweichen von diesem Verhältniss berechtigt aber noch nicht zur Annahme, dass der Wein gefälscht sei.

Die Menge der freien Weinsteinsäure beträgt nach den bisherigen Erfahrungen in Naturweinen nicht mehr als $^1/_6$ der gesammten »nichtflüchtigen Säuren«.

Das Verhältniss zwischen Weingeist und Glycerin kann bei Naturweinen schwanken zwischen 100 Gewichtstheilen Weingeist zu 7 Gewichtstheilen Glycerin und 100 Gewichtstheilen Weingeist zu 14 Gewichtstheilen Glycerin. Bei Weinen, welche ein

anderes Glycerinverhältniss zeigen, ist auf Zusatz von Weingeist, beziehungsweise Glycerin, zu schliessen.

Da bei der Kellerbehandlung zuweilen kleine Mengen von Weingeist (höchstens 1 Volumprocent) in den Wein gelangen können, so ist bei der Beurtheilung der Weine hierauf Rücksicht zu nehmen.

Bei Beurtheilung von Süssweinen sind diese Verhältnisse nicht immer maassgebend.

Für die einzelnen Mineralstoffe sind allgemein gültige Grenzwerthe nicht anzunehmen. Die Annahme, dass bessere Weinsorten stets mehr Phosphorsäure enthalten sollen, als geringere, ist unbegründet.

Weine, welche weniger als 0,14 Gramm Mineralstoffe in 100 ccm enthalten, sind zu beanstanden, wenn nicht nachgewiesen werden kann, dass Naturweine derselben Lage und desselben Jahrganges, die gleicher Behandlung unterworfen waren, mit so geringen Mengen von Mineralstoffen vorkommen.

Weine welche mehr als 0,05 % Kochsalz in 100 ccm enthalten, sind zu beanstanden.

Weine, welche mehr als 0,092 Gramm Schwefelsäure (SO_3), entsprechend 0,20 Gramm Kaliumsulfat (K_2SO_4) in 100 ccm enthalten, sind als solche zu bezeichnen, welche durch Verwendung von Gyps oder auf andere Weise zu reich an Schwefelsäure geworden sind.

Durch verschiedene Einflüsse können Weine schleimig (zäh, weich), schwarz, braun, trübe oder bitter werden; sie können auch sonst Farbe, Geschmack und Geruch wesentlich ändern; auch kann der Farbstoff der Rothweine sich in fester Form abscheiden, ohne dass alle diese Erscheinungen an und für sich berechtigten, die Weine deshalb als unecht zu bezeichnen.

Wenn in einem Weine während des Sommers eine starke Gährung auftritt, so gestattet dies noch nicht die Annahme, dass ein Zusatz von Zucker oder zuckerreichen Substanzen, z. B. Honig u. a. stattgefunden habe, denn die erste Gährung kann durch verschiedene Umstände verhindert oder dem Wein kann nachträglich ein zuckerreicher Wein beigemischt worden sein.

ANHANG.

Analysen von reinen Naturweinen

ausgeführt von

R. Fresenius und **E. Borgmann**

aus der

Zeitschrift für analytische Chemie, Band 22, Seite 46
und Band 23, Seite 44.

I. Rheingauer Weine.

Weine aus den Königl. Preuss. Domänen-Kellern.

Weissweine.

Lfd. No.	Bezeichnung und Jahrgang.	Trauben-sorte.	Spec. Gewicht bei 15° C.	100 ccm enthalten Gramme													Polarisation.
				Alkohol.	Extract.	Mineral-stoffe.	Freie Säure.	Wein-stein.	Gly-cerin.	Schwe-felsäure.	Phos-phor-säure.	Chlor.	Kali.	Natron.	Kalk.	Mag-nesia.	
1.	1882 Steinberger	Riesling	1,0034	5,30	2,88	0,21	1,30	0,29	0,49	0,009	0,041	—	0,091	0,013	0,035	0,020	± 0
2.	1882 Marcobrunner	"	1,0010	5,76	2,64	0,26	0,78	0,21	0,76	0,017	0,037	0,009	0,078	0,008	0,029	0,029	± 0
3.	1882 Hattenheimer	"	0,9966	6,86	3,37	0,23	1,03	0,21	0,77	0,015	0,045	0,009	0,079	0,007	0,037	0,020	± 0
4.	1882 Gräfenberger	"	1,0020	4,86	3,05	0,23	1,00	0,15	0,65	0,014	0,061	—	0,078	0,011	0,036	0,022	± 0
5.	1882 Neroberger	"	1,0006	4,66	3,32	0,33	1,48	—	0,59	0,017	0,077	—	0,116	0,006	0,005	0,025	± 0
6.	1882 Assmannshäuser	Traminer	0,9992	6,17	2,40	0,27	0,67	—	0,47	0,022	0,057	—	0,123	0,004	0,017	0,020	± 0

II. Rheinhessische Weine.

Weissweine von H. W. Schlamp in Nierstein a. Rh.

Lfd. No.	Jahrgang.	Lage.	Traubensorte.	100 ccm enthalten Gramme					Polarisation*)			
				Alkohol.	Extract.	Mineralstoffe.	Freie Säure.	Glycerin.	direkt.	Nach dem Concentriren von 250 auf 50 ccm.	Alkoholfällung.	Aetherfällung.
7.	1875er	Pettenthal	1/4 Riesling 3/4 Oesterr.	9,06	1,86	0,26	0,51	1,02	+ 0,14°	+ 0,7°	+ 0,7°	± 0
8.	1875er	Rehbach	1/4 Riesling 3/4 Oesterr.	9,35	2,25	0,28	0,80	1,08	+ 0,22°	+ 1,1°	+ 1,3°	± 0
9.	1876er	Hipping	Auslese Riesling faule Beeren	9,66	2,67	0,19	0,71	1,25	+ 0,2°	+ 1,0°	+ 1,4°	± 0
10.	1877er	Rehbach Mundelpfad	Oesterreich.	9,42	2,35	0,21	0,64	1,19	+ 0,1°	+ 0,5°	+ 0,7°	— 0,5°
11.	1876er	Rehbach Mundelpfad	Oesterreich.	9,25	2,20	0,17	0,58	1,28	+ 0,1°	+ 0,5°	+ 0,6°	— 0,3°

*) Nach der ursprünglichen Neubauer'schen Methode. Zeitschrift für analyt. Chemie, 17, 322.

Weissweine von Sebastian Balbach jun. in Nierstein a. Rh.

Lfd. No.	Jahrgang.	Lage.	Traubensorte.	100 ccm enthalten Gramme									Polarisation.
				Alkohol.	Extract.	Mineralstoffe.	Freie Säure.	Glycerin.	Kalk.	Magnesia.	Kali.	Phosphorsäure.	
12.	1876er	Pettenthal	—	9,34	2,12	0,18	0,57	0,93	0,0090	0,0180	0,0795	0,0256	± 0
13.	1876er	Orbel	Riesling	10,11	2,45	0,16	0,66	0,91	0,0081	0,0204	0,0720	0,0359	± 0
14.	1877er	Hipping	—	8,50	—	—	—	0,80	—	—	—	—	—
15.	1877er	Auflanger	—	8,45	—	—	—	0,93	—	—	—	—	—
16.	1878er	Rehbach	—	8,46	2,22	0,28	0,54	0,69	0,0096	0,0189	0,0878	0,0456	± 0
17.	1878er	Heiligenbaum	—	8,65	2,35	0,28	0,54	0,88	0,0104	0,0191	0,0578	0,0479	± 0
18.	1878er	Orbel	Auslese	9,64	2,23	0,23	0,55	0,72	0,0098	0,0177	0,0903	0,0391	± 0
19.	1878er	Auflanger	Auslese	8,63	2,49	0,24	0,65	0,90	0,0130	0,0211	0,0607	0,0387	± 0

Liebfrauenmilch von Mannheimer und Dosenheim in Worms a. Rh.

Lfd. No.	Jahrgang.	100 ccm enthalten Gramme							Polarisation.
		Alkohol.	Extract.	Mineralstoffe.	Freie Säure.	Glycerin.	Schwefelsäure.	Phosphorsäure.	
20.	1874er	10,39	2,04	0,20	0,48	0,93	0,050	0,043	± 0
21.	1875er	9,42	3,00	0,30	0,63	1,11	0,045	0,048	± 0

III. Frankenweine.

a. Weissweine von dem Bürgerspital in Würzburg.

Lfd. No.	Bezeichnung und Jahrgang.	Traubensorte.	Specifisches Gewicht bei 15° C.	100 ccm enthalten Gramme														Polarisation.
				Alkohol.	Extract.	Mineralstoffe.	Freie Säure.	Fixe Säure.	Flücht. Säure.	Weinstein.	Glycerin.	Schwefelsäure.	Phosphorsäure.	Chlor.	Kali.	Kalk.	Magnesia.	
22.	1876 Harfe A.	—	0,9956	8,32	2,32	0,19	0,59	0,42	0,17	0,16	0,75	0,042	0,038	—	0,088	—	—	± 0
23.	1874 Stein B.	—	0,9952	7,80	2,19	0,19	0,63	0,41	0,22	0,14	0,85	0,048	0,036	—	0,069	—	—	± 0
24.	1878 Harfe.	—	0,9967	8,39	2,63	0,23	0,60	0,54	0,06	0,14	1,03	0,041	0,042	0,003	—	0,016	0,015	0 ±
25.	1870 Lindlesberg	—	0,9975	7,56	2,47	0,21	0,61	0,53	0,08	—	0,81	0,036	0,042	0,002	—	0,014	0,017	± 0
26.	1878 Klinge.	—	0,9990	7,15	2,67	0,23	0,61	0,54	0,07	0,15	0,86	0,044	0,037	0,002	0,126	0,012	0,015	± 0

b. Weissweine von Herrn K. Neuland, Würzburg.

Lfd. No.	Bezeichnung und Jahrgang.	Traubensorte.	Specifisches Gewicht bei 15° C.	Alkohol.	Extract.	Mineralstoffe.	Freie Säure.	Fixe Säure.	Flücht. Säure.	Weinstein.	Glycerin.	Schwefelsäure.	Phosphorsäure.	Chlor.	Kali.	Kalk.	Magnesia.	Polarisation.
27.	1868 Stein.	gemischt. Rebsatz.	0,9950	8,41	2,15	0,22	0,67	0,62	0,05	0,28	0,82	0,063	0,037	0,005	—	0,012	0,017	± 0
28.	1874 Neuberg.	„	0,9953	8,51	2,25	0,25	0,65	0,58	0,07	0,31	1,00	0,072	0,045	0,003	0,100	0,013	0,016	± 0
29.	1874 Stein.	„	0,9940	8,32	2,07	0,22	0,56	0,52	0,04	0,19	0,80	0,057	0,036	0,004	0,092	0,007	0,013	± 0
30.	1878 Leisten A.	„	0.9963	8,12	2,53	0,19	0,55	0,52	0,03	0,19	1,16	0,048	0,023	0,004	0,073	0,010	0,015	± 0
31.	1878 Leisten B.	„	0,9952	7,82	2,22	0,16	0,61	0,58	0,03	0,19	0,78	0,023	0,029	0,003	—	0,015	0,016	± 0
32.	1878 Spielberg.	Riesling.	0,9963	8,20	2,57	0,19	0,60	0,54	0,06	0,24	1,18	0,043	0,028	0,005	0,079	0,009	0,018	± 0

c. Weine aus dem Königl. bayrischen Hofkeller in Würzburg.

Lfd. No.	Bezeichnung und Jahrgang.	Trauben-sorte.	100 ccm enthalten Gramme							Polari-sation.
			Alkohol.	Extract.	Mineral-stoffe.	Freie Säure.	Glycerin.	Schwefel-säure.	Phosphor-säure.	
	a) Rothweine.									
33.	1875er Leisten.	—	9,51	3,30	0,35	0,62	1,23	0,082	0,065	± 0
34.	1878er Leisten.	—	9,41	2,70	0,29	0,54	1,16	0,070	0,065	± 0
	b) Weissweine.									
35.	1874er Stein.	Riesling.	9,10	2,40	0,17	0,73	1,03	0,069	0,047	± 0
36.	1875er Leisten.	"	9,70	2,16	0,20	0,64	1,12	0,061	0,033	± 0
37.	1876er Stein.	"	9,00	2,22	0,19	0,68	0,92	0,049	0,041	± 0
38.	1876er Leisten.	"	10,15	2,41	0,20	0,80	0,86	0,029	0,051	± 0
39.	1878er Pfülben.	gemischt.	8,90	2,27	0,20	0,54	1,20	0,040	0,036	± 0
40.	1878er Pfülben.	Riesling.	9,85	2,74	0,18	0,74	1,26	0,027	0,036	± 0
41.	1878er Stein.	"	9,91	2,78	0,18	0,71	1,34	0,031	0,033	± 0

IV. **Moselweine.**

Weine von Bürgermeister Liedel und Pfarrer Theveny in Winningen a. d. Mosel.

Lfd. No.	Jahrgang.	Lage.	100 ccm enthalten Gramme									Polarisation.
			Alkohol.	Extract.	Mineralstoffe.	Freie Säure.	Glycerin.	Schwefelsäure.	Phosphorsäure.	Kalk.	Kali.	
42.	1876er	Winninger Berg.	8,22	1,99	0,15	0,64	0,66	0,006	0,039	0,021	0,078	+ 0,3°
43.	1877er	dto.	7,04	2,11	0,17	0,79	0,65	0,009	0,048	0,013	0,056	+ 0,3°
44.	1878er	dto.	8,72	2,44	0,20	0,95	0,85	0,013	0,056	0,014	0,064	± 0
45.	1878er	dto.	8,48	2,09	0,17	0,83	0,82	0,018	0,042	0,008	0,062	± 0
46.	1878er	dto. (Riesling).	7,92	1,92	0,19	0,77	0,66	0,016	—	0,009	0,079	± 0

V. Bordeauxweine.

Bordeauxweine von Henry Faber & Co., Bordeaux.

a) Weissweine.

Lfd. No.	Jahrgang.	Lage.	Specifisches Gewicht.	100 ccm enthalten Gramme												Polarisation.
				Alkohol.	Extract.	Mineralstoffe.	Freie Säure.	Glycerin.	Schwefelsäure.	Phosphorsäure.	Chlor.	Kali.	Natron.	Kalk.	Magnesia.	
47.	1877	Château Filhot Haut Sauterne.	0,9956	12,49	3,54	0,25	0,75	1,03	0,070	0,040	0,003	0,094	0,014	0,014	0,017	— 0,3°
48.	1876	Château Pernaud tête 1 er crû de Haut Barsac.	1,0097	10,31	6,80	0,23	0,72	0,83	0,075	0,045	0,003	0,070	0,014	0,024	0,018	— 1,3°
49.	1869	Château Sércilhan 1 er Graves.	—	9,05	2,47	0,24	0,71	0,88	0,019	0,046	—	0,118	—	0,010	0,015	± 0
50.	1878	Château Rigailhon 1 er Graves.	—	9,84	2,62	0,28	0,54	1,00	0,015	0,023	—	0,105	—	0,007	0,013	± 0

b) Rothweine.

Lfd. No.	Jahrgang.	Lage.	Specifisches Gewicht.	100 ccm enthalten Gramme												Polarisation.
				Alkohol.	Extract.	Mineralstoffe.	Freie Säure.	Glycerin.	Schwefelsäure.	Phosphorsäure.	Chlor.	Kali.	Natron.	Kalk.	Magnesia.	
51.	1879	Château Verdus Saint Seurin Cadourne Médoc.	0,9945	8,73	1,96	0,22	0,57	0,64	0,018	0,028	0,007	—	—	0,021	0,021	± 0
52.	1880	Margaux Méd.	0,9941	8,82	2,34	0,21	0,56	0,72	0,034	0,027	—	0,112	0,015	0,010	0,018	± 0
53.	1881	St. Eulalie Côtes.	0,9962	7,45	2,09	0,23	0,58	0,55	0,024	0,032	—	0,089	0,013	0,012	0,015	± 0
54.	1870	Chât. d'Avensan tirage du château.	—	9,32	2,67	0,27	0,55	0,99	0,027	0,025	—	0,125	—	0,013	0,017	— 0,2°
55.	1871	Château Lafite tirage du chât.	—	8,58	2,17	0,24	0,58	0,88	0,021	0,037	—	0,122	—	0,006	0,013	± 0
56.	1874	Haut Canon St. Emilion.	—	8,36	2,45	0,21	0,48	0,81	0,006	0,024	—	0,078	—	0,010	0,012	— 0,2°
57.	1875	Chât. Leonville tirage du château.	—	7,99	2,46	0,27	0,53	0,75	0,009	0,023	—	0,110	—	0,007	0,013	— 0,2°

Alphabetisches Sachregister.

Druck von Rud. Bechtold & Comp., Wiesbaden.

Fig. 1.

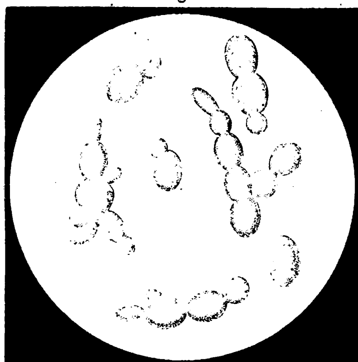


Fig. 2.

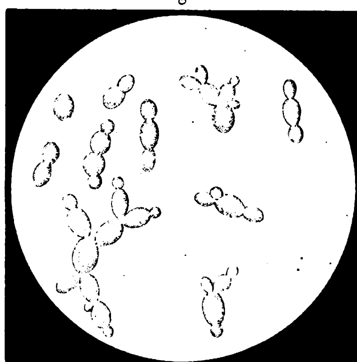


Fig. 3.



Fig. 4.

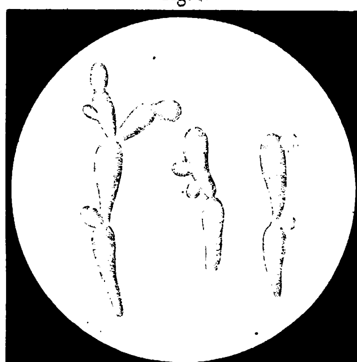


Fig. 5.

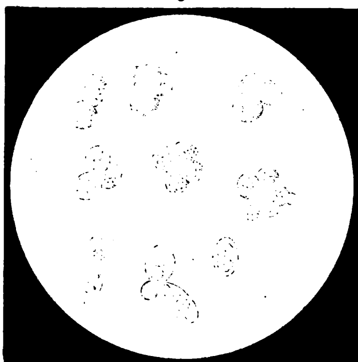
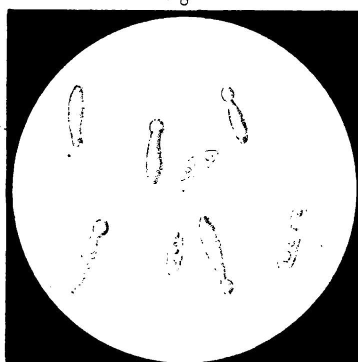


Fig. 6.



Lith. Anst. v. C. Kirst, Leipzi